

**TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI**  
**FAKULTA TEXTILNÍ**

Studijní program: B3107 Textil

Studijní obor: Textilní materiály a zkušebnictví

**MOŽNOSTI OBRAZOVÉ ANALÝZY KOMPOZITŮ**  
**S NANOVLÁKENNOU VÝZTUŽÍ**

**POSSIBILITIES OF IMAGE ANALYSIS OF COMPOSITES**  
**WITH NANOFIBER REINFORCEMENT**

**Bakalářská práce**

**KTM - 556**

**Autor:** Martin Malina  
**Vedoucí bakalářské práce:** Ing. Jana Salačová Ph.D.  
**Konzultant bakalářské práce:** Ing. Miroslava Maršálková Ph.D.

Rozsah práce:

Počet stran:	84
Počet obrázků:	28
Počet tabulek:	12
Počet grafů:	24
Počet příloh:	8

V Liberci 12. 5. 2011

### **Možnosti obrazové analýzy kompozitů s nanovláknennou výztuží**

1. Vypracujte literární rešerši na téma bakalářské práce
2. Zhotovte příčné řezy kompozitů s nanovláknennou výztuží
3. Vytvořte metodiku snímání řezů za účelem získání digitálního obrazu pro možnosti dalšího zpracování
4. Porovnejte obrazy získané pomocí světelné mikroskopie, konfokální mikroskopie a rastrovací elektronové mikroskopie
5. Interpretujte získané poznatky

## **PROHLÁŠENÍ**

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL, v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

V Liberci, dne 12. 5. 2011

.....  
podpis

## **PODĚKOVÁNÍ**

Rád bych zde poděkoval vedoucí své bakalářské práce, Ing. Jana Salačové Ph.D., za odborné vedení mé práce, rady, připomínky, náměty a trpělivost, kterou mi věnovala při vytváření této práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Miroslavě Maršálkové Ph.D. a Ing. Jarmile Studničkové Ph.D. za jejich konzultace a připomínky.

Také bych chtěl poděkovat svým rodičům za umožnění studia na této škole a podpory v něm.

## **OBSAH:**

<b>1. ÚVOD .....</b>	<b>8</b>
<b>2. NANOKOMPOZITY.....</b>	<b>9</b>
2.1 Hierarchie strukturních úrovní a prvků kompozitu .....	9
2.2 Typy vláken pro výrobu kompozitů .....	10
2.3 Vlastnosti nenasyčených polyesterových pryskyřic a Eporezitu AH - 12 .....	11
2.4 Mechanické vlastnosti použitých matric „PES, EPOREZIT AH – 12, T-58“ .....	12
2.5 Nanovlákná.....	14
2.5.1 Použití nanovláken .....	14
2.5.2 Výroba nanovláken .....	14
2.6 Specifikace přípravy nanovláken metodou sol - gel.....	15
<b>3. OBRAZOVÁ ANALÝZA .....</b>	<b>17</b>
3.1 Světelný mikroskop .....	18
3.2 Konfokální mikroskop.....	20
3.3 Rastrovací elektronový mikroskop.....	21
3.4 Charakteristika měřených parametrů dutin v programu NIS-elements .....	23
<b>4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....</b>	<b>24</b>
4.1 Použité přístroje .....	24
4.2 Charakteristika použitých nanokompozitů .....	25
4.3 Metodika tvorby příčných řezů .....	26
4.3.1 Tvorba nábrusů .....	27
4.4 Metody snímání nábrusů .....	30
4.4.1 Světelná mikroskopie.....	30
4.4.2 Konfokální mikroskopie.....	31
4.4.3 Rastrovací elektronová mikroskopie.....	32
<b>5. ZPRACOVÁNÍ OBRAZU V PROGRAMU NIS - ELEMETS.....</b>	<b>35</b>
<b>6. ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT.....</b>	<b>36</b>
6.1 Závislost měřených parametrů na tloušťce kompozitu .....	42
6.2 Histogramy měřených parametrů .....	46
<b>7. DISKUZE NAMĚŘENÝCH PARAMETRŮ .....</b>	<b>49</b>
<b>8. DISKUZE VÝSLEDKŮ NÁSNÍMANÝCH OBRAZŮ.....</b>	<b>51</b>
8.1 Kompozit č. 1 .....	51
8.2 Kompozit č. 2 .....	53
8.3 Kompozit č. 3 .....	55

8.4 Kompozit č. 4 .....	57
8.5 Kompozit č. 5 .....	59
8.6 Kompozit č. 6 .....	61
<b>9. ZÁVĚR.....</b>	<b>65</b>
PŘÍLOHA 1: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM .....	67
PŘÍLOHA 2: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM .....	68
PŘÍLOHA 3: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM .....	69
PŘÍLOHA 4: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM .....	70
PŘÍLOHA 5: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM .....	71
PŘÍLOHA 6: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM .....	72
PŘÍLOHA 7: HISTOGRAMY EPOREZIT.....	73
PŘÍLOHA 8: HISTOGRAMY POLYESTER.....	77
<b>Seznam obrázků.....</b>	<b>81</b>
<b>Seznam tabulek .....</b>	<b>82</b>
<b>Seznam grafů.....</b>	<b>82</b>
<b>Seznam použité literatury .....</b>	<b>83</b>

# **ANOTACE**

## **Možnosti obrazové analýzy kompozitu s nanovláknennou výztuží**

Tato bakalářská práce se zabývá možnostmi obrazové analýzy kompozitů s nanovláknennou výztuží. V teoretické části je charakterizováno nanovlákneno, jako výchozí prvek pro vlastnosti kompozitu. Dále je zde definovaný postup výroby nanovláken metodou sol-gel a postup výroby kompozitu s nanovláknennou výztuží. V experimentální části práce se popisuje postup výroby příčných řezů. Je zde uvedena metodika snímání řezů za účelem získání digitálního obrazu a porovnání obrazů získané pomocí světelné, rastrovací, konfokální mikroskopie. Jsou zpracovány vady (dutiny) kompozitu pomocí programu NIS – elements, kde tyto dutiny jsou charakterizovány a vyhodnoceny.

### **KLÍČOVÁ SLOVA:**

Obrazová analýza, kompozit, příčný řez, nanovlákneno.

# **ANNOTATION**

## **Possibilities of image analysis of composites with nanofiber reinforcement**

This bachelor's thesis deals with possibility of the visual analyses of the compound word with the nanofiber reinforcement. The theoretical part describes the nanofiber as the base for the description of the compound word. In the next part you can find the definition of the process of the production of the nanofiber's method so-gel and the process of the production of the compound word with the nanofiber reinforcement. The description of the procedure of the production of transverse cuts is in the experimental parts. Then there is mentioned the philosophy of the scan cuts in order to get a digital picture and the comparison of pictures gained by the help of luminous, scan, konfocal microscopy. They are treated defects (cavities) composites using the program NIS – elements, where these cavities are characterized and evaluated.

### **KEYWORDS:**

The image analysis, the composite with the nanofiber reinforcement, cross-section.

## 1. ÚVOD

V průběhu posledních desetiletí se textilní průmysl soustředil na vysokou kvalitu a na změnu celkové strategie ve prospěch inovací a vytvoření nových textilních produktů s novými funkcemi. Změna situace ve výrobě textilií umožnila vznik nových oborů, nových technických textilií a interaktivních textilií, kde kompozitní materiály jsou právě takovým interaktivním materiálem. Kompozit je dvousložková nebo vícesložková soustava, která má specifické vlastnosti. Jejich předností je, že můžou nahradit drahé přírodní materiály. Kombinací je možné dosáhnout lepší vlastnosti jako u přírodních materiálů

Pro zvolení vhodného výrobního postupu kompozitu jsou důležité vlastnosti použité matrice. Vlastnosti kompozitu závisí na použití vlákna a na použité vazbě. Nanovláknna a jejich materiálové složení, jsou nosnou složkou pro vlastnosti kompozitu. V oblasti zkoumání nanovláknenných kompozitů jsou široké poznatky.

Jedním z cílů bakalářské práce je výroba příčných řezů kompozitu s nanovláknennou výztuží, kde jako materiál pro výrobu matrice je použit PES a Eporezit AH – 12. Poměrná část bakalářské práce se zabývá problematikou tvorby příčných řezů a jejich úprav pro získání kvalitního obrazu.

Dalším cílem bakalářské práce je vytvořit metodiku snímání řezů za účelem získání digitálního obrazu pro možnost dalšího zpracování. Digitální obraz bude získán pomocí rastrovací elektronové mikroskopie, konfokální mikroskopie a světelné mikroskopie. Bude pozorován z hlediska jeho vlastností pro další možné vyhodnocení struktury.

Výsledné obrazy byly popsány a následně statisticky zpracovány v programu NIS – elements. Naměřené parametry (viz kap. 3.4) vzniklých dutin (vad) byly vyneseny do sloupcových a bodových grafů.

Posledním cílem je rozbor a popis těchto metod snímání a získat účelný přehled mezi těmito metodami snímání.



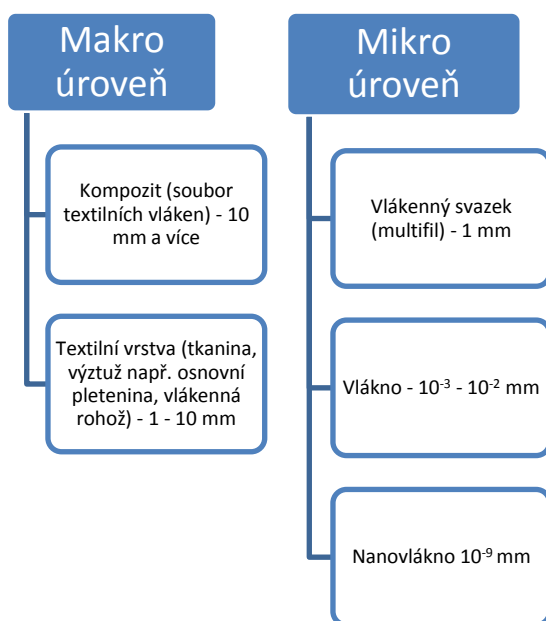
## 2. NANOKOMPOZITY

Nanokompozity patří k nejvyhledávanějším materiálům v polymerní technologii v poslední době. Mezi jejich přednosti patří příznivý poměr hmotnosti a ceny, zlepšení mechanických vlastností (zvýšení pevnosti, tuhosti, tvrdosti), tepelná stabilita, nepropustnost kapalin, tenkostěnnost apod. Toto lze dosáhnout s mnohem nižším plněním ve srovnání s konvenčními typy plniv. Zajímavé je zvýšení bariérových vlastností bez ztráty průhlednosti materiálu. [1]

Pokud jsou v nanometrech všechny tři rozměry, jedná se o izodimenzionální částice. Pokud jsou dvě částice v nanometrech a třetí je delší nazýváme takové struktury nanotrubice (např. uhlíkové nanotrubice). Pokud je jen jeden rozměr v nanometrech, potom jde o částice ve formě destiček nebo listů. Tyto materiály jsou v současné době nejrozšířenější.

### 2.1 Hierarchie strukturních úrovní a prvků kompozitu

Vzhledem k technologickému postupu je nutno z hlediska struktury sledovat posloupnost kompozit – prepreg – textilní vrstva – vlákenný svazek – vlákno, (viz obr 2.2.1). Z této hierarchie vychází strategie modelování výsledných vlastností, zejména při sledování vlivu mikroskopické odezvy strukturních prvků na makroskopickou odezvu celého kompozitu. [2]



Obr. 2.1.1 Hierarchie strukturních úrovní kompozitu, strukturní úrovně a řádové velikosti strukturních elementů

**Strukturní prvky na mikroúrovni:**

- podélné vlákenné vrstvy.
- příčné vlákenné vrstvy.
- matrice.
- makrospory.

**Strukturní prvky na mikroúrovni:**

- vlákenné shluky.
- vlákna.
- dutiny.

Pozorovatelným prvkem je i synergetický efekt, který představuje efekt společného působení více prvků, který je obvykle větší nebo kvalitativně lepší než prostý součet efektů ze samostatného působení jednotlivých prvků (matrice – nanovlákneno).

V důsledku různého vzájemného uspořádání obrovského množství prvků všech úrovní jsou výsledné vlastnosti heterogenního materiálu obtížně předpověditelné, často dosahují neočekávaných hodnot a objevují se i vlastnosti nové, proto je velmi důležité věnovat studium struktury. [2]

## **2.2 Typy vláken pro výrobu kompozitů**

Největší pevnost a tuhost dosahují vláknové kompozity s kontinuálními vlákny matrice.

**Pojivo výztuže může být:**

- Polymerní, kovová, skleněná, sklokeramická, keramická, uhlíková

**Kontinuální vlákna mohou být:**

- Skleněná, čedičová, uhlíková, polymerní, proteinová, keramická

Vláknové **mikrokompozity** obsahují vlákna o průměru  $10^0$  až  $10^2$   $\mu\text{m}$ . Některé kompozity obsahují vlákna o průměru pod 1  $\mu\text{m}$  v podobě krátkých (diskontinuálních) nanovláken a zařazují se proto mezi **nanokompozity**. Pevnost vlákna je vždy významně větší než pevnost stejného materiálu v kompaktní formě. Příčinou je malý příčný průřez vláken. V tenkých vláknech jsou minimalizovány rozměry vrozených vad materiálu a také nebezpečnost povrchových vad je při velmi malých příčných rozměrech menší (tenká vlákna mají oproti stejně dlouhým vláknům větších průměrů významně menší povrch). Vady

existují jen v podobě submikroskopických až mikroskopických trhlinek a dutinek, které jsou přednostně orientovány (protaženy) v podélném směru vlákna. Whiskery jsou monokrystaly o velmi malých příčných rozměrech (nm) a krátké délce. Dosahují velmi vysoké pevnosti (řádově 104 MPa), protože neobsahují defekty. [3]

### **2.3 Vlastnosti nenasyčených polyesterových pryskyřic a Eporezitu AH - 12**

Polyesterové pryskyřice patří k nejpoužívanějším pryskyřicím. Lineární nenasyčený polyester je připraven reakcí dvoufunkčních složek (polypropylenglykolu a kyseliny ftalové, kamenouhelné, maleinové nebo anhydridu (ftalanhydridu, maleianhydridu)). Vzniklý předpolymer je poté rozpuštěn v reaktivním rozpouštědle (obvykle styrenu). Katalyzátorem (iniciátorem) síťovací reakce jsou organické peroxidy (nejčastěji metyletylketonperoxid, MEKP), aktivátorem (urychlovačem) obvykle naftenan kobaltnatý. Volbou vytvrzovacího systému lze dosáhnout širokého rozmezí doby gelace a doby vytvrzení. Polyesterové pryskyřice lze proto použít pro všechny technologie. Viskozitu pryskyřice určuje podíl reaktivního rozpouštědla. Pro technologie vyžadující nízkou viskozitu pryskyřice (0,2 až 0,4 Pa) je obsah rozpouštědla volen větší, ovšem za cenu menší pevnosti a tepelné odolnosti matrice kompozitu. Přísady zabraňující odparování rozpouštědla jsou účinné pouze tehdy, je-li pryskyřice v klidu, při jejím nanášení (v otevřené formě) je jejich účinek zanedbatelný. [4]

***Základní druhy nenasyčených polyesterových pryskyřic jsou:***

- orthoftalová – nejnižší cena
- izoftalová - dražší a kvalitnější než orthoftalová, lepší chemická a tepelná odolnost
- fumarová - dobrá chemická i tepelná odolnost
- chlorftalová - je nehořlavá, mechanické vlastnosti jsou horší
- tereftalová - velmi dobrá chemická i tepelná odolnost

Tab. 1 Mechanické vlastnosti nenasyčených polyesterových pryskyřic [4]

<b>Pryskyřice</b>	<b>Modul pružnosti E [MPa]</b>	<b>Pevnost v tahu [MPa]</b>	<b>Maximální pracovní teplota [°C]</b>
orthoftalová	3400	55	80
izoftalová	3400	75	90
fumarová	2800	40	130
chlorftalová	3400	20	140

Nemodifikované nenasyčené polyesterové pryskyřice mají velké smrštění při vytvrzování (7 až 8 %). Jsou křehké, snadno v nich vznikají mikrotrhliny. Elektrické vlastnosti (nevodivost, hodnota relativní permitivity) mají dobré, stejně jako odolnost proti ultrafialovému záření. Pryskyřice dobře smáčejí skleněná vlákna, ale pevnost vazby matrice - skleněné vlákno je menší (nejsou tak dobrými "lepidly" jako epoxidové pryskyřice). [4]

Pro dosažení menšího smrštění při vytvrzování a kvalitnějšího povrchu kompozitu (např. bez propadlin u výlisku v místech připojení žeber) je nutno použít směsi pryskyřice s plnivý nebo práškovými termoplasty. Tyto přísady však nejen redukuje smrštění, ale také snižují tekutost směsi (dosahuje se pastovité konzistence) a proto se jich používá jen ve směsích pro lisování. [4]

Mechanické vlastnosti (viz tab. 2) byly získány od výrobce polymerů P + M Polymer kémia kft.

Tab. 2 Mechanické vlastnosti Eporezitu [5]

Parametr	Jednotky	Hodnota
Váha epoxidu	g	140 - 150
Epoxid	Ekvivalent/100g	0,65 – 0,75
Viskozita, 25 °C	Pa·s	160 - 200
Hustota při 25 °C	g/cm <sup>3</sup>	1,21 – 1,23

#### **2.4 Mechanické vlastnosti použitých matric „PES, EPOREZIT AH – 12, T-58“**

Pro experiment byly použity již hotové kompozitní materiály s nanovláknennou výztuží následujících mechanických vlastností (viz tab. 3).

Tyto vlastnosti byly naměřeny na Katedře textilních materiálů. Vlastní kompozity a jejich testování bylo provedeno v Maďarsku (Budapest University of Technology and Economics Department of Polymer Engineering). Veškeré testování bylo provedeno dle platných norem. Tabulka obsahuje mechanické vlastnosti matric (Eporezit, PES) bez výztuže a kombinace matrice + nano.

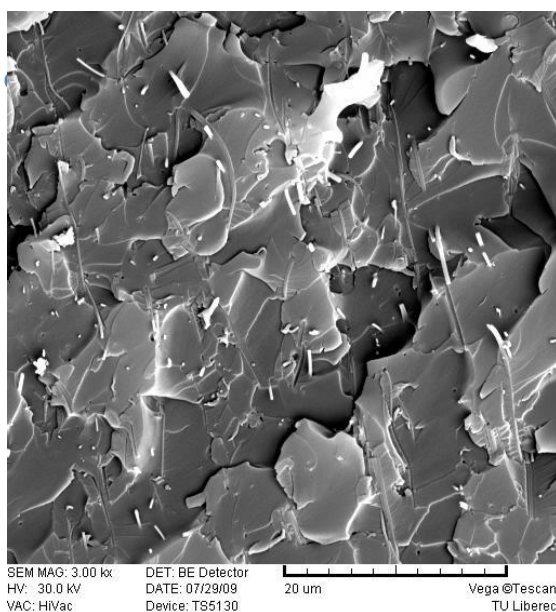
Tab. 3 Výsledky mechanických a dynamických testů [6]

vzorek		Trhačka		Charpy
		F <sub>max</sub> [MPa]	ε [%]	α [kJ/m <sup>2</sup> ]
1 nano	matrice Eporezit	87,20	2,38	14,296
2 nano		51,02	1,68	13,279
3 nano		39,76	2,46	9,481
Eporezit		42,00	---	9,500
4 nano	matrice PES	20,48	0,68	2,255
5 nano		30,21	0,69	3,478
6 nano		46,65	0,69	3,580
PES		96,50	2,45	2,392

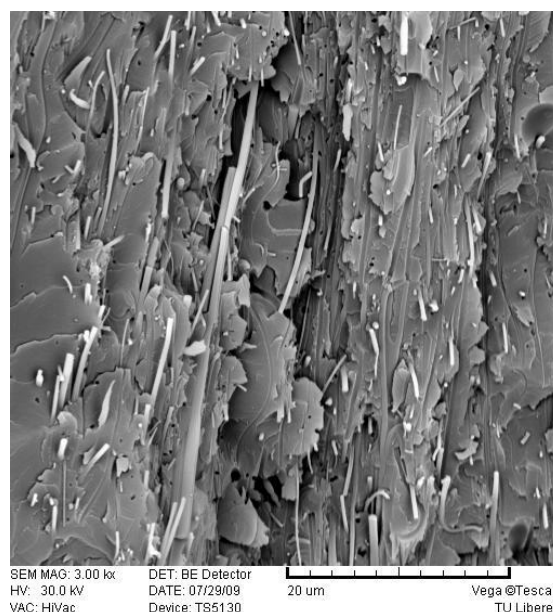
▪ vlastnosti matric bez nanovláknenné výztuže

Mechanické a dynamické testy ukázaly, že výsledné vlastnosti kompozitů s nanovláknennou výztuží se zlepší, pokud je použita matrice Eporezit (AH 12 + T-58), naopak při použití polyesterové matrice dochází ke zhoršení výsledných testovaných vlastností.

Z obrazové dokumentace lomů kompozitů po mechanickém a dynamickém namáhání je patrné, že nanovláknna mají lepší afinitu k matrici eporezit (obr. 2.4.1), kdežto k polyesterové matrici je znatelně nižší, neboť na lomech jsou vidět stopy po uvolněných, či vytržených vláken z matrice (obr. 2.4.2). [6]



Obr. 2.4.1 Eporezit [6]



Obr. 2.4.2 PES [6]

## 2.5 Nanovláknna

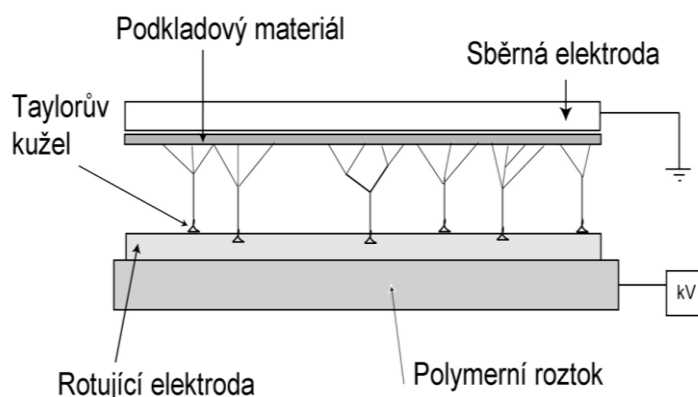
Nanovláknna jsou vlákna, jejichž průměr se pohybuje v submikronovém rozsahu. Elektrostaticky zvlákněná nanovláknna mají řadu významných vlastností, které je činí výbornými kandidáty pro širokou škálu aplikací jako vysoce účinné filtry, separační membrány, výztuhy pro kompozitní materiály, biologické aplikace, tkáňové inženýrství, ale i jako nanoelektrická zařízení a vodíkové nádrže pro palivové články. Přesná definice nanovláken neexistuje. Obecně jsou popisována jako vlákna, jejichž průměr se pohybuje v rozsahu do 1 000 nm. [7]

### 2.5.1 Použití nanovláken

Textilie z nanovláken mohou být použity ke krytí ran, kde zajišťují průnik kyslíku, odtok exsudátu (tj. zánětlivého výpotku z krevních a mízních cest) a současně brání bakteriím ve vstupu do rány. Zároveň na takové krycí textilie mohou být navázány některé podpůrné látky – antimikrobiální a hojení urychlující léčiva. V rámci tkáňového inženýrství pak mohou být nanovláknna využita pro rekonstrukci kůže, kostí, cév, svalů i nervové tkáně. Mezi další pokročilé způsoby využití vlastností nanovláken v oblasti biomedicíny patří i doručování a řízené uvolňování léčiv či buněk, které využívá extrémně vysokého povrchu nanovláken - jako např. buňky produkující inzulin u cukrovky do slinivky břišní, nebo silikonové implantáty v kosmetice. [7]

### 2.5.2 Výroba nanovláken

Nejpoužívanější způsob výroby je elektrostatické zvláknění. Princip (viz obr. 2.5.2.1). Tvorba vláken přes rotující elektrodu v polymerním roztoku, která vnese roztok do elektrického pole s napětím až 50 kV a vytváří na svém povrchu Taylorovy kužely a následně z nich vlákna. Hotová nanovláknna s průměrem pod 500 nm se neuspořádaně ukládají na podkladový materiál, který se pohybuje po povrchu sběrné elektrody. Pokusná zařízení pracující na popsaném principu mohou vytvořit 0,1 – 10 g/min.



Obr. 2.5.2.1 Princip přípravy vrstev nanovláken elektrostaticky [8]

## **2.6 Specifikace přípravy nanovláken metodou sol - gel**

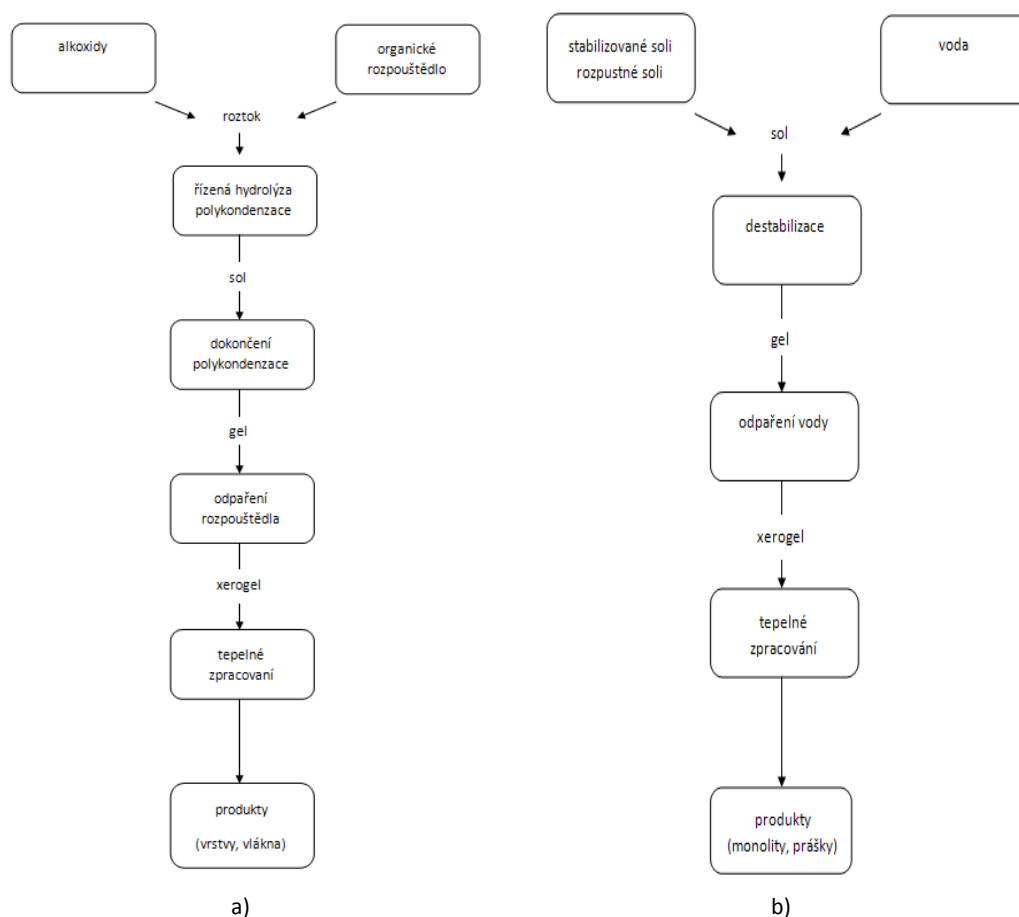
Pro experiment byla tato metoda použita pro výrobu křemíkových vláken, které byly implementovány jako výztuž v kompozitu s polyesterovou a epoxidovou matricí.

Pod pojmem „metoda sol-gel“ rozumíme skupinu postupů přípravy oxidických a příbuzných materiálů, jejichž společnými znaky jsou homogenizace výchozích složek ve formě roztoku, jejich převod na sol a následně na gel při zachování jejich homogenity. Běžně se však tento termín používá v širokém slova smyslu i pro označení všech příbuzných postupů, které jsou charakterizované homogenizací výchozích složek v roztoku bez ohledu na přítomnost fáze gelu. [9]

Podle výchozích surovin můžeme postupy přípravy metodou sol-gel rozdělit do dvou skupin. V první skupině jsou postupy vycházející z alkoxidů a v druhé skupině ze stabilizovaných vodných solů oxidů, například ze solu oxidu křemičitého. Obě skupiny se liší jak výchozími surovinami, tak i probíhajícími reakcemi. Při některých postupech první skupiny se však přechází do klasických postupů druhé skupiny, ne naopak. [9]

Základní schéma přípravy materiálů vycházející z alkoxidů je uvedeno na obrázku 2.6.1 a. Prvním krokem přípravy je rozpuštění alkoxidů požadovaných prvků v bezvodém organickém rozpouštědle za vzniku pravého roztoku. Přidáním vypočítaného množství vody a katalyzátoru (kyseliny nebo zásady) je řízenou hydrolýzou a současně probíhající polykondenzací připraven sol. Pokud jsou výslednou formou vrstvy, je sol některou z technik (technika dip-coating (vytahování), spin-coating (odstředování), spray-coating (sprejování), flow-coating (nalévání), capillary-coating, síťotisk, elektroforéza) nanesen na substrát a převeden na gel dokončením polykondenzace v důsledku působení vlhkosti z okolí a částečného odpaření rozpouštědla. Následuje úplné odpaření rozpouštědla a vzniklý xerogel je převeden při tepelném zpracování při teplotách kolem nebo mírně nad transformační teplotou  $t_g$  odpovídajícího skla ( $t_g$  - charakteristická teplota v intervalu přeměny skla jako tuhé látky na sklovinu jako vysoce viskózní kapalinu) nebo při teplotě krystalizace na výsledný produkt. V případě přípravy vláken přechází sol při zvlákňování na gel a následně na xerogel a produkt rychlým odpařením rozpouštědla při tepelném zpracování. Při přípravě monolitických vzorků se sol nalije do formy vhodného tvaru, po převedení na gel a částečné vysušení se opatrně vyjme z formy a velmi pomalu převede na xerogel vysušením. Následující zhutnění vyžaduje velmi přesné dodržování optimálního programu při tepelném zpracování, jinak dojde k prasknutí vzorku. Prášky se většinou připravují rychlým usušením rozprášeného solu nebo speciálními postupy. [9]

Schéma přípravy materiálů vycházející ze stabilizovaných solů je uvedeno na obrázku 2.6.1 b. V tomto případě se vychází již z předem připraveného vodného solu příslušného oxidu a případné další složky jsou do solu přidávány ve formě rozpustných solí. Změnou podmínek, hlavně změnou pH, je sol destabilizován a vzniká gel, který je dále vysušením převeden na xerogel a tepelným zpracováním při teplotách zpravidla o něco vyšších než v případě prvního postupu vycházejícího z alkoxidů je získán výsledný produkt. [9]



Obr. 2.6.1 Schéma přípravy materiálů metodou sol – gel vycházející a) z alkoxidů, b) ze stabilizovaných solů



### 3. OBRAZOVÁ ANALÝZA

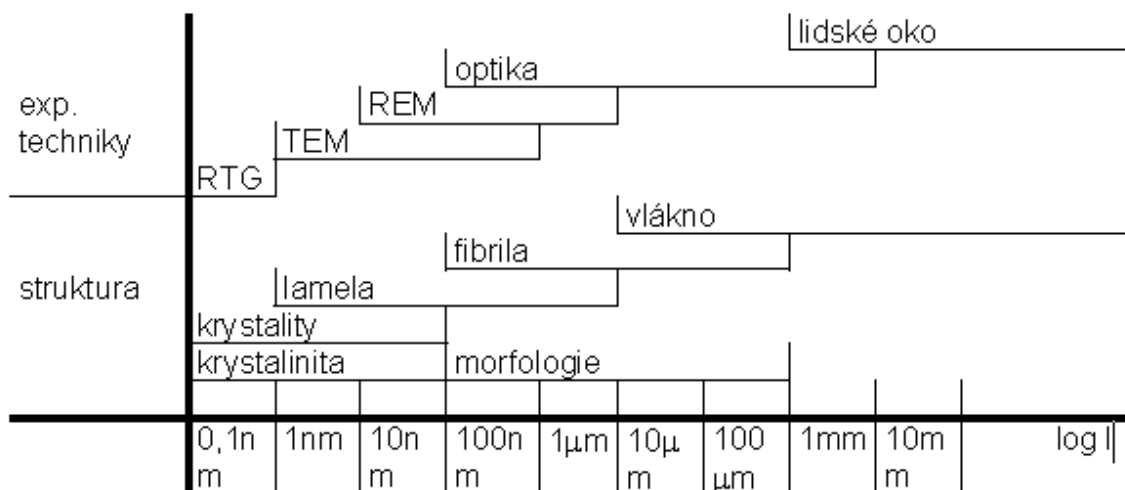
Obrazová analýza představuje nástroj, pomocí kterého je možné převést informace obsažené v obraz do numerické formy.

Prvním krokem je získání obrazu v digitální podobě, následovaný jeho zpracováním do formy, která nejvíce vyhovuje plánovaným účelům. Dalším krokem může být úprava, jejímž výsledkem je binární obraz, obsahující pouze dvě barvy - černou a bílou. V takto zpracovaném obraze je možné po jeho úpravě metodami matematické morfologie již poměrně snadno měřit a na základě těchto měření provádět výpočty. Při těchto krocích se digitální záznam mění a zjednodušuje, jak dokládá klesající velikost původního obrazu po jednotlivých krocích zpracování. [10]

Základním předpokladem pro úspěšné provedení obrazové analýzy je správné sejmутí obrazu analyzovaného materiálu. Tento proces je ovlivňován několika faktory, z nichž nejdůležitějšími jsou osvětlení, podklad a kvalita snímacích zařízení.

Výběr zařízení, pomocí kterých můžeme sejmut obraz, je v dnešní době velmi široký. Aby bylo možné obraz následně počítačově zpracovat, je vhodné jej získat přímo v digitální formě. K tomuto účelu slouží digitální fotoaparáty a kamery, které v sobě mají zabudovaný vhodný snímací prvek. V současnosti jsou nejpoužívanějšími typy CCD (Charge-Coupled Device) a CMOS (Complementary Metal-Oxide Semiconductor) senzory. Oba druhy mají svůj zcela základní princip společný: převádějí světelnou energii na elektrickou. Velmi zjednodušeně lze tento proces popsat tak, že tisíce až milióny buněk citlivých na světlo jsou uspořádány do plošné matice. Velikost matice, tedy součin počtu sloupců a řádků matice, udává rozlišovací schopnost jednotlivých přístrojů. Každá buňka převádí světelnou informaci ze své malé části obrazu na elektrický signál. Hodnoty náboje jednotlivých buněk je poté potřeba přechíst. [11]

V uplynulých dvaceti letech zaznamenala optická mikroskopie pozoruhodný rozmach, a to jak v důsledku vysoké kvality nových objektivů navrhovaných počítači, tak díky spojení mikroskopů s vyspělou videotechnikou a následným zpracováním obrazů výkonnými mikropočítači či laserovými zdroji světla. Technický pokrok pozměnil optickou mikroskopii do té míry, že je dokonce patrná jistá renezanse jejího užití v buněčné biologii, kde v poválečném období jednoznačně dominovala mikroskopie elektronová. Jednou z novinek je konfokální mikroskopie – metoda zajímavá skvělými experimentálními možnostmi. [11]



Obr. 3.1 Rozlišovací schopnosti různých metod [11]

#### Možnosti Snímání:

- Rastrovací elektronové mikroskopie (REM)
- Světelné mikroskopie
- Konfokální mikroskopie
- RTG

#### 3.1 Světelný mikroskop

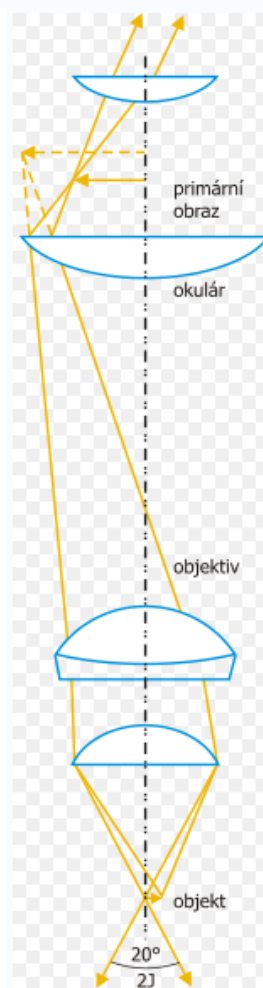
Světelná mikroskopie je nejstarší metodou hodnocení struktury kovů a má největší vypočítací schopnost. Dává o struktuře přehledné informace a je podkladem pro rozhodování o dalších metodách studia struktury.

Zobrazovací systém mikroskopu je soustava čoček uspořádaná tak, aby bylo dosaženo požadovaného zvětšení, vysokého kontrastu strukturních částí, vysoké rozlišovací schopnosti a relativně velké hloubky ostroty. Mikroskop se skládá z objektivu a okuláru. Objektiv zvětšuje přímo pozorovaný předmět, okulár zvětšuje obraz vytvořený objektivem.

### Popis mikroskopu

Základem mikroskopu jsou čočky, které tvoří objektiv a okulár. Okuláry a objektivy jsou často výměnné.

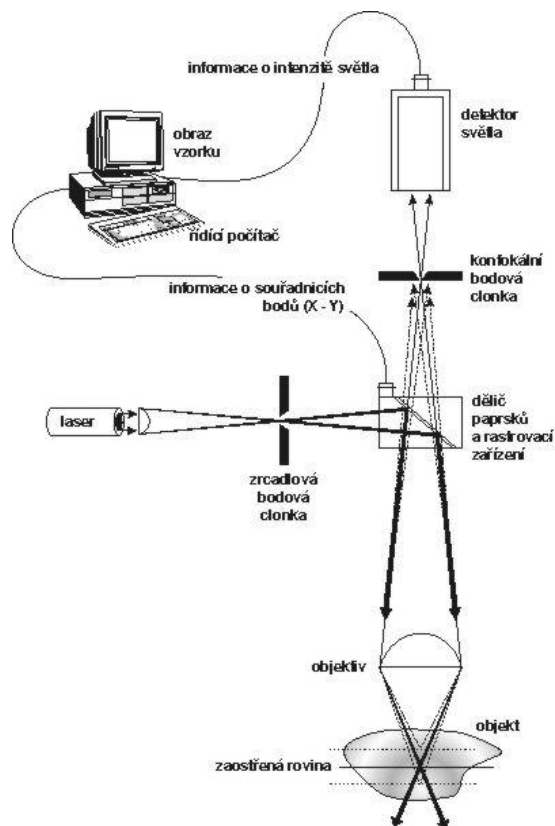
Jednoduchý mikroskop je složen ze dvou spojných soustav čoček, které mají společnou optickou osu. Část mikroskopu, která je nazývána objektiv, má malou ohniskovou vzdálenost (řádově v milimetrech). Pozorovaný předmět se umísťuje blízko před předmětové ohnisko, takže vzniká skutečný, zvětšený a převrácený obraz. Tento obraz vzniká mezi druhou částí mikroskopu, tzv. okulárem, a jeho předmětovým ohniskem. Vzniklý obraz pak pozorujeme okulárem podobně jako lupou, čímž získáváme další zvětšení. Ohnisková vzdálenost okuláru se pohybuje v řádech centimetrů. Obrazové ohnisko objektivu a předmětové ohnisko okuláru nesplyvají, ale jsou od sebe vzdáleny o hodnotu optického intervalu, jehož hodnota se u mikroskopu pohybuje mezi 15 cm a 20 cm. [2]



Obr. 3.1.1 Schéma optického mikroskopu [2]

### 3.2 Konfokální mikroskop

Princip laserového rastrovacího konfokálního mikroskopu je znázorněn na obrázku 3.2.1. Pozorovaný vzorek je osvětlován bodovým zdrojem světla. Tím je laserový paprsek fokusovaný na clonku, která je pak objektivem mikroskopu zobrazena na vzorek, do bodu o průměru rovnajícím se rozlišovací schopnosti objektivu (tzv. difrakční mez). Tentýž objektiv pak sbírá světlo vzorkem odražené nebo rozptýlené, popřípadě jeho fluorescenci. Po zpětném průchodu tohoto sekundárního záření objektivem vznikne další obraz bodové clonky, který je pomocí děliče paprsků lokalizován před fotonásobič. Zde se nachází druhá, konfokální bodová clonka, blokující detekci záření pocházejícího z míst vzorku mimo rovinu, do které je mikroskop právě zaostřen. Obraz celé zaostřené roviny pak získáme jejím rastrováním, bod po bodu způsobem, který je v zásadě podobný tomu, jakým svazek elektronů vytváří obraz na televizní obrazovce. Existují tři základní metody rastrování: cestou rozmítání laserového paprsku nebo příčným posouváním vzorku před objektivem, popřípadě posouváním objektivu nad vzorkem. [12]



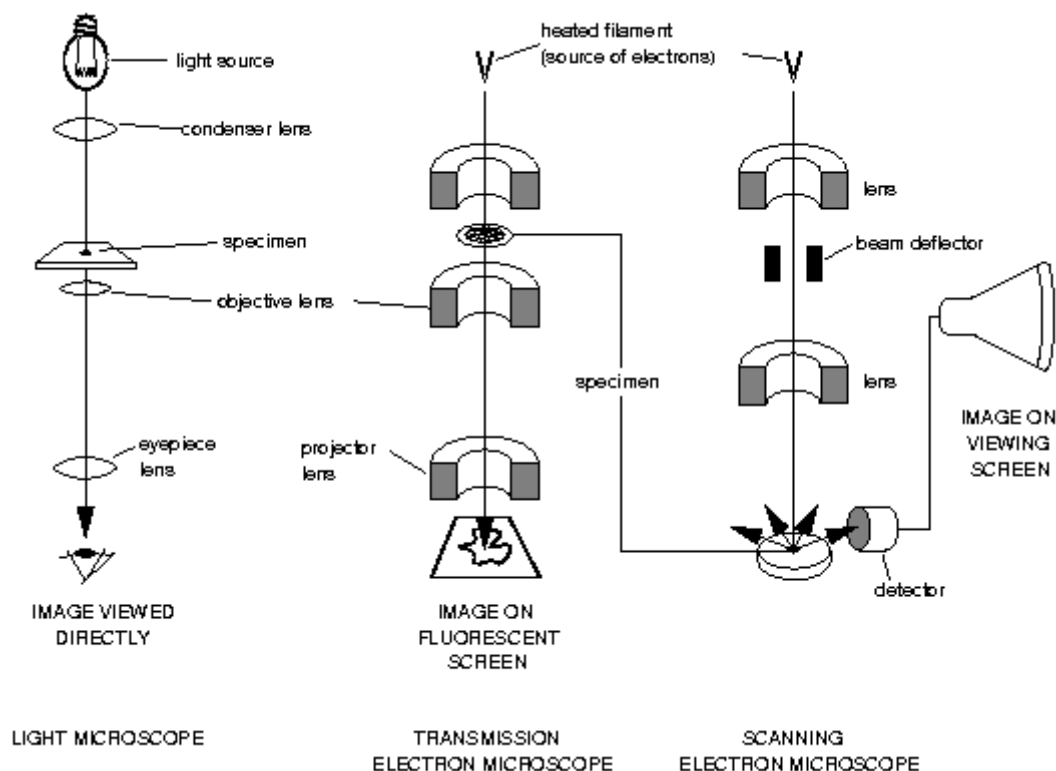
Obr. 3.2.1 schéma konfokálního mikroskopu [12]

**Konfokální obrazy a rozlišovací schopnost konfokálního mikroskopu.** Při rastrování je měřená intenzita světla registrována počítačem spolu s informací o souřadnicích analyzovaného bodu. Díky prostorové filtraci záření dopadajícího na detektor neobsahuje obraz vytvořený počítačem neostře pozadí pocházející z mimořadných oblastí vzorku. V tomto smyslu jsou konfokální obrazy vždy zaostřené a představují optické řezy vzorkem. S objektivem o numerické apertuře  $\sim 1,3$  a při použití modrozelené čáry argonového laseru ( $\lambda = 488 \text{ nm}$ ) činí tloušťka optických řezů asi  $0,4 \text{ m}$ . Prostým vertikálním posouváním vzorku vůči objektivu je navíc umožněno pozorovat optické řezy v různých hloubkách pod povrchem. Potlačení mlhavého pozadí obrazu a optická tomografie (zobrazování rovinných řezů vzorkem) nejsou jediným přínosem konfokálního zobrazování. [12]

### **3.3 Rastrovací elektronový mikroskop**

Rastrovací nebo též skenovací elektronový mikroskop (dále REM) je přístroj, pomocí kterého můžeme pozorovat nejrůznější detaily povrchu předmětů a organismů. Na každé místo vzorku je zaměřen úzký paprsek elektronů (prochází jej po řádcích). Interakcí dopadajících elektronů s materiálem vzorku vznikají různě detekovatelné složky. Jak paprsek putuje po vzorku, mění se podle charakteru povrchu úroveň signálu v detektoru. Z těchto signálů je pak sestavován výsledný obraz, který je tvořen pomocí sekundárního signálu - odražených nebo sekundárních elektronů. Zobrazení v REM je proto považováno za nepřímou metodu. Velkou předností REM v porovnání se světelným mikroskopem je jeho velká hloubka ostrosti. Při zkoumání dalšího záření (RTG aj.), které vzniká v preparátové komoře, je možné určit např. prvkové složení preparátu v dané oblasti a při porovnání s vhodným standardem určit i kvantitativní zastoupení jednotlivých prvků. [13]

Zdrojem elektronů je elektronová tryska, nejčastěji wolframové žhavené vlákno, umístěné v tzv. Wehneltově válci. Elektrony jsou urychlovány směrem k vzorku urychlovacím napětím (typicky 0,1 až 30 kV). Svazek elektronů je upravován elektromagnetickými čočkami. Tubus obsahuje zpravidla jednu nebo více kondenzorových čoček, objektivovou čočku a vychylovací cívky rastrů. [13]



Obr. 3.3.1 – schéma principu optického mikroskopu TEM a SEM [13]

**Výhody a nevýhody elektronové mikroskopie:** Mezi největší výhody patří velmi velké zvětšení – řádově až jedenkrát  $10^6$ , což umožňuje pozorovat i opravdu velmi malé částice. Elektronový mikroskop má velké rozlišení (0,2 nm) a velkou hloubku ostrosti (několik mm). Pohyb svazku elektronů lze řídit pomocí počítače, což umožňuje využít veškerý komfort, který tato technika poskytuje (zobrazit pouze výřez, odstranit šum snížením rastrovací rychlosti, tisknout obraz). Výhodou je také to, že elektronový mikroskop může dát informaci nejen o topografii vzorku, ale i o jeho materiálovém složení. [13]

### **3.4 Charakteristika měřených parametrů dutin v programu NIS-elements**

#### **Postup při měření dat:**

- *Příznaky pro měření objektů* – parametry, které se vyhodnocovaly.
- *Měření objektů* – Obraz se proměřil a nabídl výsledky měření.
- *Export dat* – Výsledky byly převedeny do MS Excel.

#### **Vyhodnocované parametry**

Plocha (Area) – Plocha je základní příznak vypovídající o velikosti objektů. V nekalibrovaném obrazu představuje počet pixelů, ve zkalibrovaném pak reálnou velikost plochy. [14]

Podíl ve vyplněné ploše (FillRatio) – Je poměr plochy a zaplněné plochy. [14]

Ekvivalentní průměr (Eqdiameter) – Ekvivalentní průměr je příznak velikosti odvozený z plochy. Určuje průměr kružnice, která má stejnou plochu jako odpovídající objekt. [14]



Obr. 3.4.1 Ekvivalentní průměr

Maximální průmět (MaxFeret) – Maximální Feretův průmět je maximum z Feretových průmětů. Obecně (pro konvexní objekty) se Feretův průmět při úhlu  $\alpha$  rovná délce projekce objektu při úhlu  $\alpha$ ,  $\alpha = (0, 180)$ ; systém NIS – Elements počítá Feretův průmět pro  $\alpha = 0, 10, 20, 30, \dots, 180$ . [14]

Minimální průmět (MinFeret) – Maximální Feretův průmět je minimum z Feretových průmětů. Obecně (pro konvexní objekty) se Feretův průmět při úhlu  $\alpha$  rovná délce projekce při úhlu  $\alpha$ ,  $\alpha = (0, 180)$ ; systém NIS – Elements počítá Feretův průmět pro  $\alpha = 0, 10, 20, 30, \dots, 180$ . [14]

Kruhovitost – Kruhovitost se rovná 1 pouze pro kruh; všechny ostatní tvary jsou charakterizovány kruhovostí menší než 1. Je to odvozená míra tvaru počítaná z plochy a obvodu. Tento příznak je užitečnou charakteristikou tvaru. [14]

Měřená plocha – Měřená plocha uvnitř měřicího rámečku nebo masky, je – li maska nasazena. [14]

## 4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část obsahuje metodiku tvorby příčných řezů a tvorby nábrusů. Vytvořenou metodiku a problematiku snímání pomocí světelné mikroskopie, konfokální mikroskopie a rastrovací elektronové mikroskopie. Výsledné obrazy byly popsány a následně statisticky zpracovány v programu NIS – element, kde byly naměřené parametry (viz kap. 3.4) vzniklých dutin (vad) vyhodnoceny pomocí sloupcových a bodových grafů.

### 4.1 Použité přístroje

**V průběhu vypracování bakalářské práce byly použité tyto přístroje:**

- Mikroskop NIKON Eclipse ME 600 DS
- Automatický stolek
- Barevná kamera NIKON DS
- Feico, Vega – rastrovací elektronový mikroskop
- Konfokální mikroskop OLYMPUS LEXT OLS3000
- Počítač Intel Pentium (R) 4 CPU, 5.6 GHz, 512 MB RAM
- Bruska MTH – k vytvoření příčných řezů
- Úhlová bruska BOSH

**Softwarové vybavení:**

- Systém Windows XP SP2
- Systém obrazové analýzy NIS-elements



**4.2 Charakteristika použitých nanokompozitů**

Pro experiment bylo ručně vyrobeno 6 nanovláknenných kompozitů s dvěma druhy použité matrice (eporezit, polyester). Jako výztuž pro všechny druhy kompozitů, byla použita křemíková vlákna. Použité vzorky se lišily tloušťkou kompozitu, podle určitého počtu vrstev. Jedná se o ruční zkušební výrobu těchto kompozitů.

**Kompozity 1 – 3 EPOREZIT AH 12 + tvrdidlo 58**

**Kompozity 4 – 6 PES**

Tab. 4 Charakteristika použitých nanokompozitů

Číslo vzorku	Matrice	Výztuž
E1	Eporezit AH 12	Nanovláknena z SiO <sub>2</sub>
E2	Eporezit AH 12	Nanovláknena z SiO <sub>2</sub>
E3	Eporezit AH 12	Nanovláknena z SiO <sub>2</sub>
P4	PES	Nanovláknena z SiO <sub>2</sub>
P5	PES	Nanovláknena z SiO <sub>2</sub>
P6	PES	Nanovláknena z SiO <sub>2</sub>

**Způsob výroby kompozitu**

Pro výrobu kompozitů byla použita nanovláknena na bázi SiO<sub>2</sub>, která připravená pomocí metody sol-gel a elektrostatického zvlákňování. Nanovláknena byla před vlastní výrobou kompozitů tepelně stabilizována při 180 °C, po dobu 2 hodin. Jednotlivé vrstvy křemíkových nanovláken byly nasyceny danou matricí a vzniklé vrstvy byly lisovány mezi dvěma kovovými deskami, které byly sušeny při teplotě 80 °C. [6]

#### **4.3 Metodika tvorby příčných řezů**

Pro zkoumání vnitřní struktury kompozitu s nanovláknennou výztuží byly vytvořeny příčné řezy. Z příčného řezu kompozitu je možné zjistit strukturu použité matrice, popř. postavení vláken, vady kompozitu a vláken.

***Teoretické poznatky vypracování příčných řezů:*** Zalévací hmoty používané za studena jsou dvousložkové, obsahují pryskyřici a vytvrzovač. Po vzájemném promíchání obou složek se získanou hmotou zalije vzorek vložený do kovového nebo plastového kroužku a nechá se vytvrdnout. Nejrychlejší je zalévání do akrylátových pryskyřic, která se však vyznačuje malou tvrdostí a velkou srážlivostí po čas vytvrzování, kdy může dojít k nedokonalému zafixování vzorku. Lepší vlastnosti má epoxidová pryskyřice, která má menší srážlivost, ale dostatečnou tvrdost.

***Vlastní poznatky vypracování příčných řezů:*** Vzorky kompozitu o rozměrech 10 x 20mm připravíme společně s plastovými kroužky, které mají za úkol vytvořit kruhový tvar. Připraví se dentacrylová hmota v poměru 10 g prášku a 4,5 g tekutiny (2:1). Tento poměr je však nevýhodný, protože vertikálně postavené vzorky je třeba v kroužkách přidržovat. Proto se poměr upravil na 13 g prášku a 4,5 g tekutiny. Vznikla hustější, rychleji tvrdnoucí hmota, do které je možné vertikálně vzorky postavit. Vzorky zalité v dentacrylové hmotě se nechaly 24 h vytvrdit.

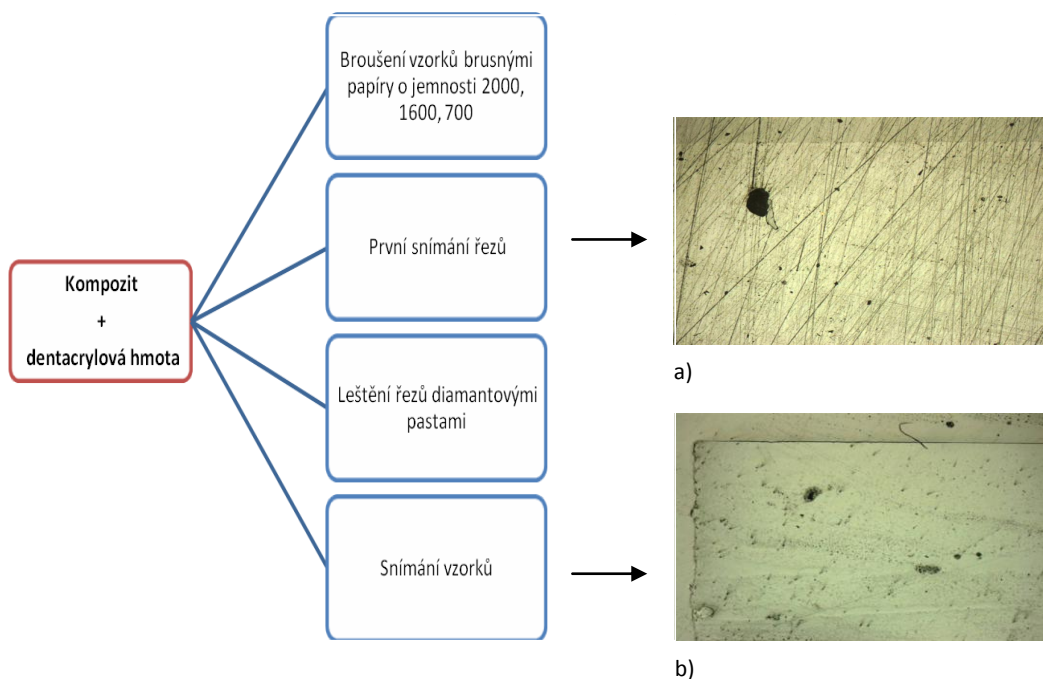
Poté se odstranily plastové kroužky a následovalo broušení za současného zkušebního snímání kvality povrchu řezů. Povrch musí být co nejhladší, bez viditelných škrábanců od brusného papíru, které by mohly zkreslovat výsledný obraz a komplikovat hodnocení řezů (viz obr. 4.3.1.1 a).

Těchto řezů bylo vytvořeno celkem 30 kusů, které se lišily typem matrice a různou tloušťkou kompozitu (15 ks PES, 15 ks Eporezit). Tento počet byl vytvořen pro úpravy při jednotlivých typech snímání a pro jistou zásobu při nevydařených úpravách.

Je vhodné si připravené příčné řezy pečlivě označit, aby nedošlo k záměně řezů. Řezy jsou vystaveny vlivům broušení (voda, líh), kde dochází k postupnému odstranění označení. Proto je vhodné označení kontrolovat a případně obnovovat.

#### 4.3.1 Tvorba nábrusů

Tradičním postupem broušení vzorků je mokré broušení. Jeho výhodou je přímý chladicí účinek proudu vody (vzhledem k tomu, že při broušení vzniká na připravovaném povrchu teplo) a proud vody zároveň odplavuje částice zbroušeného materiálu a uvolněného abraziva. Na mokré broušení se používají voděvzdorné (waterproof) brusné papíry s abrazivními částicemi s různou zrnitostí (60, 80, 100, 120, 180, 220, 240, 280, 320, 360, 400, 500, 600, 800, 1200, 2400, 4000 - číslo označuje počet zrn na  $1\text{ cm}^2$ , tj. se stoupajícím číslem klesá velikost brusných zrn). Broušení se nejčastěji vykonává na brusných papírech SiC (vzhledem na vysokou tvrdost tohoto karbidu blízkou tvrdosti diamantu a teda jeho velmi vysokou abrazivní účinnost), se zrnitostí 120, 220, 320, 400, 600, 800 a 1200. Po každém kroku broušení (přechod na jemnější brusný papír) by měla následovat kontrola připravovaného povrchu pod světelným mikroskopem, abychom se ujistili, že byly úplně odstraněné rýhy z předešlého broušení, případně či už byly z povrchu odstraněné stopy po prvním odběru vzorku.



Obr. 4.3.1.1 Schéma postupu broušení nábrusů a) nábrus po broušení brusnými papíry, b) nábrus leštěný diamantovou pastou

**Broušení brusnými papíry**

Vytvrzené příčné řezy se uložily do upínacího zařízení (5x příčný řez), které se vloží do brousící hlavy (viz obr. 4.3.1.2). Nejprve se jemně zbrousí plochy řezů, poté se zvolí přítlak  $F = 100 \text{ N}$ . Na brousící papír se přivádí proud vody, který se stará o odvod nečistot z broušení. Otáčky brousící hlavy  $n = 100 - 150 \text{ ot/min}$ . Otáčení brusné hlavy musí být pro kvalitnější broušení v protisměru otáčení brousícího papíru. Broušení probíhá v několika cyklech (viz tab. 5).

Tab. 5 Parametry broušení, brusnými papíry

Zrnitost brusného papíru	Počet výměn brusného papíru [ks]	Čas broušení [min]
600	6	24
1200	5	30
2000	5	30

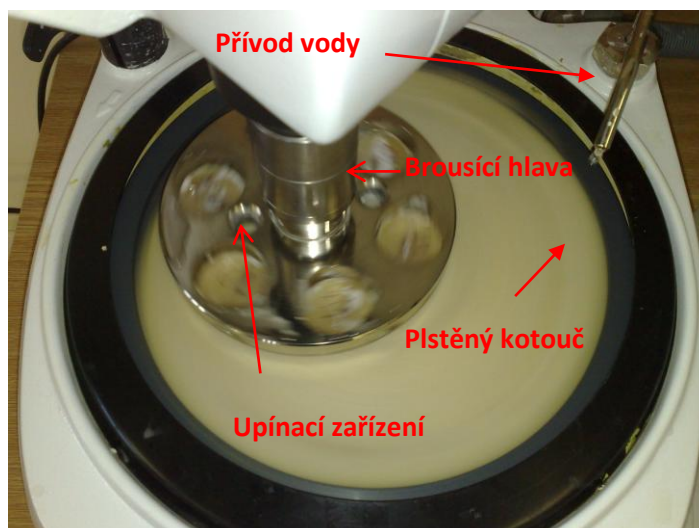
Příčný řez je v této fázi nedostatečně opracován a pokračuje se v leštění povrchu diamantovými pastami o různé jemnosti, které mají za úkol povrch dokonale zacelit od rýh a vytvořit tak kvalitní příčný řez (viz obr. 4.3.1.1 b).

**Leštění diamantovými pastami**

Dalším krokem k přípravě příčných řezů je leštění diamantovými leštícími pastami (viz obr. 4.3.1.2) o různé jemnosti. Brusný papír se vymění za plstěný leštící kotouč. Po obvodě plstěného kotouče se nanese leštící pasta o požadované jemnosti a mírně se zalije lihem. Během broušení se opět přivádí malý proud vody pro odvod nečistot (zbytky pasty) z místa leštění. Přítlak  $100 \text{ N}$  a otáčky  $200 \text{ ot/min}$ . Proces leštění byl proveden podle tab. 6.

Tab. 6 Parametry leštění, leštícími pastami

Jemnost leštící pasty	Počet použitých past	Čas leštění [min]
D 3	2	20
D 2	2	30
D 0,7	2	30



Obr. 4.3.1.2 Bruska příčných řezů - leštění

Diamantová leštící pasta o různé jemnosti (velikost diamantových zrn) slouží k jemnému leštění příčných řezů. Nevýhodou této pasty je zanešení do povrchu (dutiny, rýhy) příčného řezu, kde diamantová zrna světélkují.

Časová náročnost tvorby nábrusů byla vysoká. Tato časová náročnost je podmíněná trpělivostí a pečlivostí, která tkví v kontrole příčných řezů pod mikroskopem mezi jednotlivými cykly broušení a leštění. Kvalita příčných řezů je výsledkem časové náročnosti.

#### 4.4 Metody snímání nábrusů

##### 4.4.1 Světelná mikroskopie

Snímání nábrusů se na světelném mikroskopu provádělo pomocí automatického stolku. K automatizaci je potřebný stůl s křížovým x-y posunem, automatické ovládání z – souřadnice a stabilizované napájení napětí lampy. Program NIS – elements umožňuje pracovat s automatickým stolkem. Při snímání nábrusů se v programu nastaví sekvence snímků a automaticky se nábrus posouvá.

Před spuštěním automatické sekvence se nastavují parametry snímání, jako například: velikost objektivu, počet polí, jas, kontrast a způsob ostření, většina však těchto parametrů se řídí automaticky. Velikost objektivu pro snímání nábrusů z hlediska makro struktury je 10x. Pro zachycení celého kompozitu v pryskyřici je zapotřebí 30 x 5 polí, tato velikost je náročná na paměť počítače a v druhé řadě náročná na čas. Snímání jednoho snímku trvá 50 minut. Tato časová náročnost se prodlužuje při použití ručního ostření jednotlivých polí. Při použití automatického ostření kamera nedokáže dokonale zaostřit všechna místa při posunu stolku, protože kompozit je dlouhý a není dokonale rovný, proto dochází k rozostřování.

Tab. 7 Nastavení kamery

Nastavení kamery:	
<b>Formát</b>	1280x960
<b>Exposure</b>	ME 40 ms
<b>Míra zesílení</b>	1,7x
<b>Vyvážení bílé</b>	1,5; 1; 2
<b>Objektiv</b>	10x



Obr. 4.4.1.1 Složený obraz 30 x 5 polí

Řešením toho problému je použití ručního ostření jednotlivých polí. Tato metoda je velmi časově náročná, ale vede k dobré kvalitě pořízených snímků. Časovou náročnost a velikost snímků je možné zkrátit menším množstvím polí, při použití 5 x zvětšení.

Tento způsob snímání pomocí složeného obrazu dává o struktuře příčného řezu přehledné informace (poloha dutiny, rýhy, místo rozostření), sloužící k zmapování strukturních prvků, které jsou podkladem pro rozhodování o dalších metodách studia struktury.

#### **4.4.2 Konfokální mikroskopie**

Konfokální mikroskop je velice citlivé zařízení a při této metodě snímání je potřeba zajistit několik podmínek pro vytvoření kvalitního obrazu. Konfokální mikroskop je umístěn ve speciální laboratoři na speciálním antivibračním stole, který chrání mikroskop před vibracemi vzniklými pohybem, dýcháním apod. Pro zajištění roviny při snímání příčného řezu a nábrusu je nutné vložení vzorku na podložní sklíčko na posuvný stolek.

**Postup upínání příčného řezu a nábrusu na podložní sklíčko.** Na podložní sklíčko se nanese kousek speciální hmoty pro upínání, do které pomocí ručního přitlačného zařízení příčný řez a nábrus uchytíme. Tato metoda však není stoprocentní pro zajištění roviny při snímání, ale je lepší, než položit samotný nerovný příčný řez i nábrus na posuvný stolek.

**Bylo nasnímáno 277 obrazů:**

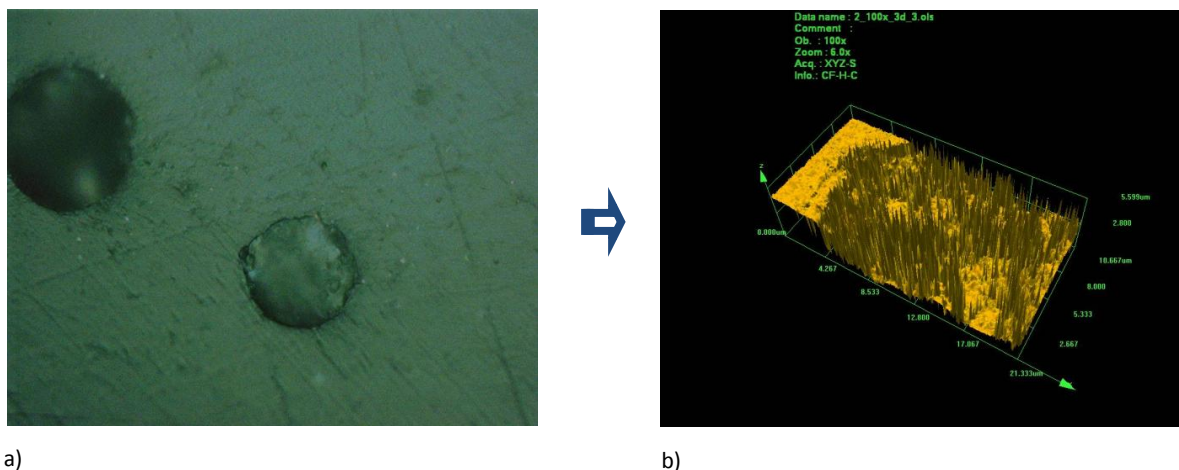
- 103 snímků je zaměřeno na povrch příčného řezu (hrana, povrch).
- 125 snímků zaměřujících se na povrch příčného řezu (dutiny, rýhy).
- 25 snímků vybraných nábrusů (vzorek 2 a 5).
- 24 snímků pozlacených nábrusů

Nedostatečné kvalita výsledných obrazů, vedla k možnosti pozlacení nábrusů. Pozlacení nábrus má vést k zlepšení kvality obrazu. V případě pozlacení nanovláknenných kompozitů tohoto výsledku dosaženo nebylo. Při vícenásobném zvětšení dochází k rozostření obrazu a nelze zaostřit v celé hloubce útvaru.

Tab. 8 Zvětšení konfokálního mikroskopu

Objektiv	Zvětšení	Digitální zoom	Celkové zvětšení
5	120	3	360
10	240		720
100	2400		7200

Provádělo se i snímání povrchu ve 3D (obr. 4.4.2.1). Při vytvoření takového snímku pod větším zvětšením je opět problém snímat celý prvek (dutina), avšak pomocí křivek ve 3D snímku se dá zjistit výskyt a velikost útvarů uvnitř dutiny (obr. 4.4.2.1 b).

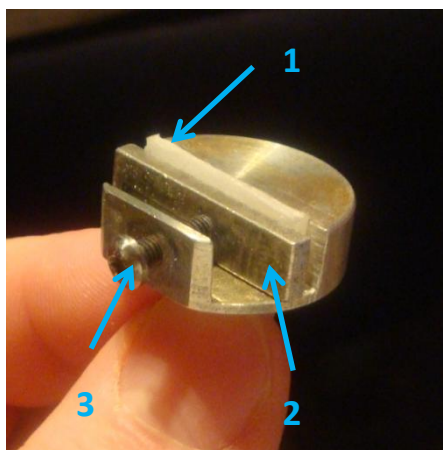


Obr. 4.4.2.1 Konfokální mikroskopie a) snímání povrch v 3D modu, b) 3D snímek

### 4.4.3 Rastrovací elektronová mikroskopie

Rastrovací mikroskopie dosáhne vysokých rozlišovacích schopností, velkého zvětšení a velké hloubky ostření. Vzhledem k těmto vlastnostem REM vytváří vynikající podmínky pro zkoumání mikrostruktury nanokompozitu.

Pro kvalitní obraz je nutná úprava nábrusu a příčného řezu pro upnutí do přípravku (viz obr. 4.4.3.1), při níž je zásadní úpravu provést tak, aby plochy kompozitu byly dokonale rovné a bylo dosaženo výborné kvality snímání - ostrosti.



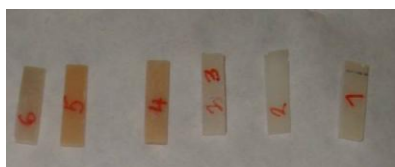
Obr. 4.4.3.1 – Přípravek pro snímání na REM 1) kompozit uchycený mezi dvěma rovnoběžnými plochami, 2) nastavitelná plocha přípravku, která umožňuje pevné upnutí vzorku o požadované šířce, 3) utahovací šroub



**Druhy snímaných vzorků na rastrovacím elektronovém mikroskopu:**

1. Příčný řez nařezaný pilkou (viz obr. 4.4.2.2)
2. Leštěná strana nábrusu upravená na rozměr 1,5 x 0,6 cm
3. Neleštěná strana nábrusu upravená na rozměr 1,5 x 0,6 cm
4. Pozlacený nábrus

**Add 1)** Příčný řez (obr. 4.4.3.2 a) byl upnut do svěráku a nařezán ruční pilkou na 0,5 cm široké kousky. Takto upravené příčné řezy tvoří nádherné obrazy snímané pomocí REM (viz obr. 4.4.3.2 b).



a)



b)

Obr. 4.4.3.2 Kompozit a) nařezaný kompozit 0,5 x 2cm, vhodný pro upnutí, b) snímaný kompozit

**Add 2)** Úprava nábrusů pomocí ruční úhlové brusky (viz obr. 4.4.3.3 b) a přípravku (viz obr. 4.4.3.3 a), který je nutný pro zajištění roviny při broušení. Po upnutí nábrusu do přípravku se brousícím kotoučem zbrousí hrana nábrusu na rozměr 1,5 x 0,6cm. Tento rozměr jde upnout bez problému do přípravku na rastrovací mikroskopii.



a)



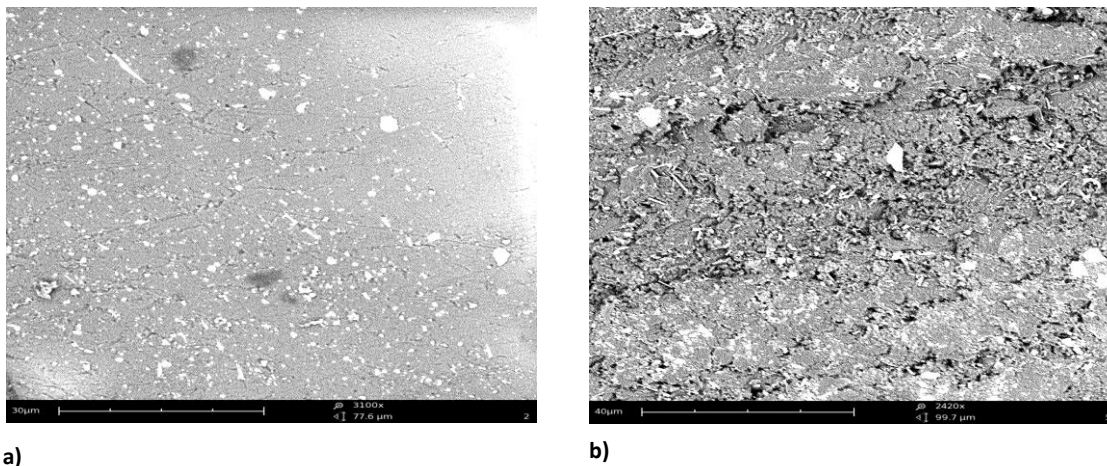
b)



c)

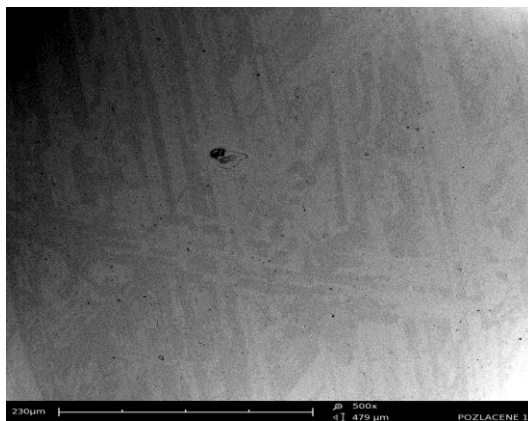
Obr. 4.4.3.3 Úprava nábrusů a) Nábrus upnutý v přípravku, b) ruční brusná pila, c) nábrus po úpravě

**Add 3)** Neleštěná ani nebroušená strana nábrusu (viz obr. 4.4.3.4 b) obsahuje větší množství vláken než strana broušená a leštěná (viz obr. a). Vláknina jsou velice křehká a při broušení povrchu dochází k poškození a vytrhávání vláken.



Obr. 4.4.3.4 Nábrus a) broušená a leštěná strana, b) nebroušená, neleštěná strana

**Add 4)** Pozlacený nábrus. Tento řez snímáný pomocí REM neprokázal lepší obraz nežli nábrus nepozlacený. Vrstva zlata zalila povrch kompozitu a veškeré strukturní prvky nebyly vidět.



Obr. 4.4.3.5 Pozlacený nábrus

Rastrovací elektronová mikroskopie je nejideálnější metoda pro snímání nábrusů kompozitu s nanovláknennou výztuží. Touto metodou bylo dosaženo vysoké rozlišovací schopnosti, velkého zvětšení a velké hloubky ostrosti. Nejlepší obraz z hlediska mikrostruktury pomocí této metody snímání jednoznačně prokázal nezalitý příčný řez nanovláknenného kompozitu (viz příloha 1 – 6).

## 5. ZPRACOVÁNÍ OBRAZU V PROGRAMU NIS - ELEMETS

Získané obrazy pomocí světelné mikroskopie, byly dále vyhodnoceny v programu NIS – Elements, kde byly naměřeny parametry (viz kap. 3.4) vzniklých vad (dutin) na povrchu kompozitu. Před naměřením požadovaných parametrů je třeba objekty správně vysegmentovat, aby bylo dosaženo co nejpresnějších výsledků. Následně uvádím postup zpracování obrazu.

### Segmentace objektů:

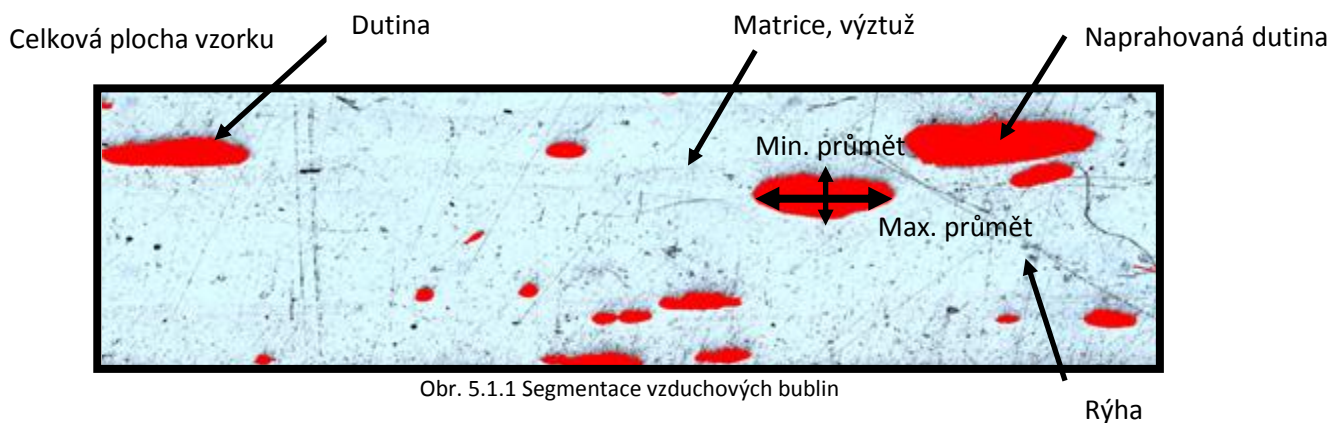
Operace použité při segmentaci objektů:

- *Úprava kontrastu* – Rozdíl mezi hladkou plochou a okolím musí být co největší
- *Prahování obrazu* – Pomocí „definice prahování“ se nastavují hodnoty tak, aby byl obraz naprahován co nejdokonaleji.
- *Úprava binárního obrazu* – Tento krok byl využíván k uzavření děr, vyčištění obrazu. Byl používán jen v některých případech a to konečné úpravě obrazu.

*Měření příznaků objektů:* - plocha, podíl ve vyplněné ploše, ekvivalentní průměr, maximální průměr, minimální průměr, kruhovitost, měřená plocha

Tab. 9 Podmínky segmentace objektů

Druh operace:
Upravené kontrastu – hm 180/dm 30
Prahování obrazu – R88, G113, B149
Binární eroze – matice hodnoty 1
Binární dilatace – matice hodnoty 2
Editor binárního obrazu
Uložení



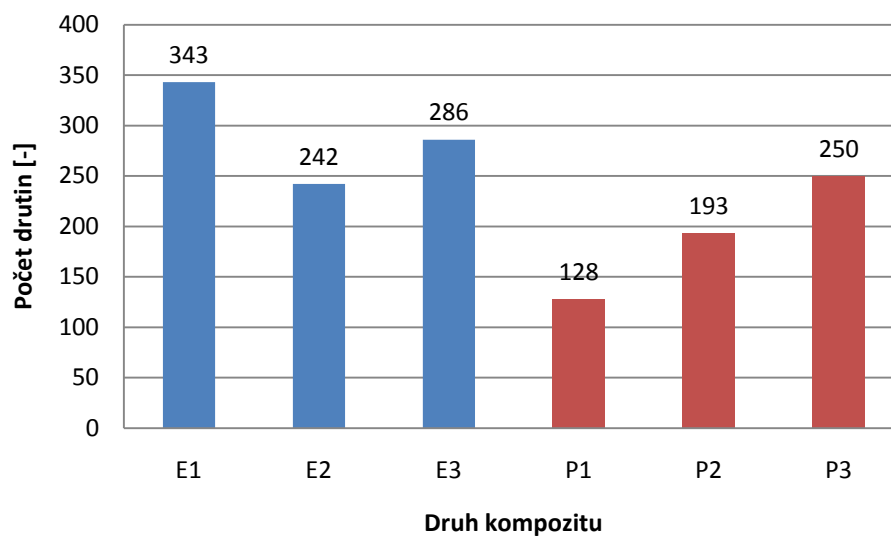
Obr. 5.1.1 Segmentace vzduchových bublin

## 6. ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT

Vyhodnocení výsledků se provádělo ze dvou hledisek, statistické zpracování a vizuální interpretace obrazu (kvalita povrchu). Vše bylo pozorováno z úrovně makrostruktury, byly pozorovány vzduchové bubliny, které se objevovaly na povrchu nábrusů. V následující tabulce jsou uvedeny hodnoty naměřených parametrů, které jsou následně vyhodnoceny pomocí grafů, jsou vztaženy k druhu kompozitu a následně uvádím závislosti jednotlivých parametrů na tloušťce kompozitu (eporezitová, polyesterová matrice) viz kap. 6.1.

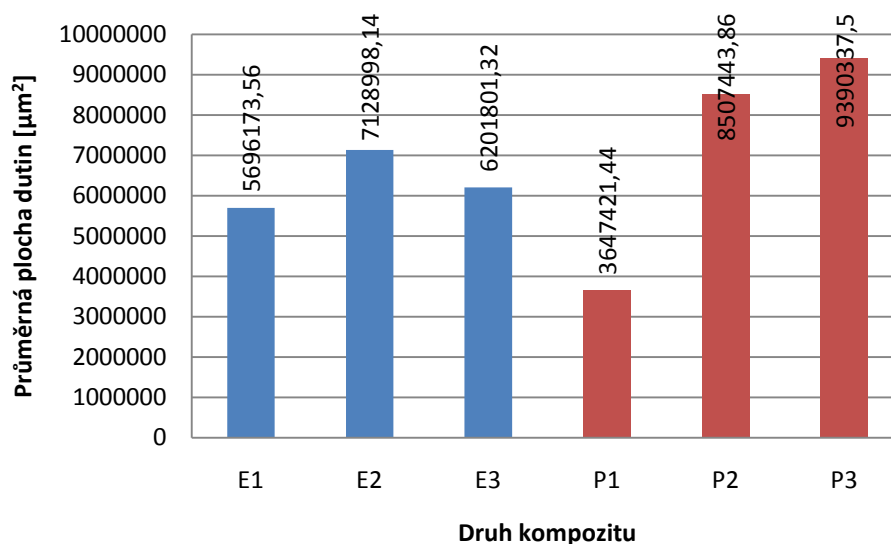
Tab. 10 Vzduchové bubliny – průměrné hodnoty naměřených parametrů

<i>Druh kompozitu</i>	<i>Číslo nábrusu</i>	<i>Počet dutin</i>	<i>Průměrná plocha dutin [<math>\mu\text{m}^2</math>]</i>	<i>Podíl dutin [%]</i>	<i>Podíl matrice a výztuže [%]</i>	<i>Ekv. průměr [<math>\mu\text{m}</math>]</i>	<i>Max. průmět [<math>\mu\text{m}</math>]</i>	<i>Min. průmět [<math>\mu\text{m}</math>]</i>	<i>Kruhovitost</i>	<i>Celková plocha vzorku [<math>\mu\text{m}^2</math>]</i>	<i>Tloušťka kompozitu [<math>\mu\text{m}</math>]</i>
EPOREZIT	E1	343	5696173,6	13,95	86,05	115,75	309,42	89,87	0,22	40826271	1975,5
	E2	242	7128998,1	16,09	83,91	146,36	397,95	106,92	0,28	44295785	2207
	E3	286	6201801,3	8,97	91,03	119,69	275,97	94,75	0,22	69139379	3482,1
průměr		290	6342324,3	13	87	127,3	327,78	97,18	0,24	51420478,27	1968,16
POLYESTER	P1	128	3647421,4	10,72	89,28	120,88	391,84	114,69	0,09	34022332	1721,9
	P2	193	8507443,9	18,01	81,99	159,78	395,33	132,84	0,18	47236155	2249,6
	P3	250	9390337,5	15,70	84,30	159,01	299,83	122,86	0,22	59812680	2884
průměr		190	7181734,3	14,8	85,19	146,5	362,3	123,5	0,16	47023722,26	2871,9

POČET DUTIN

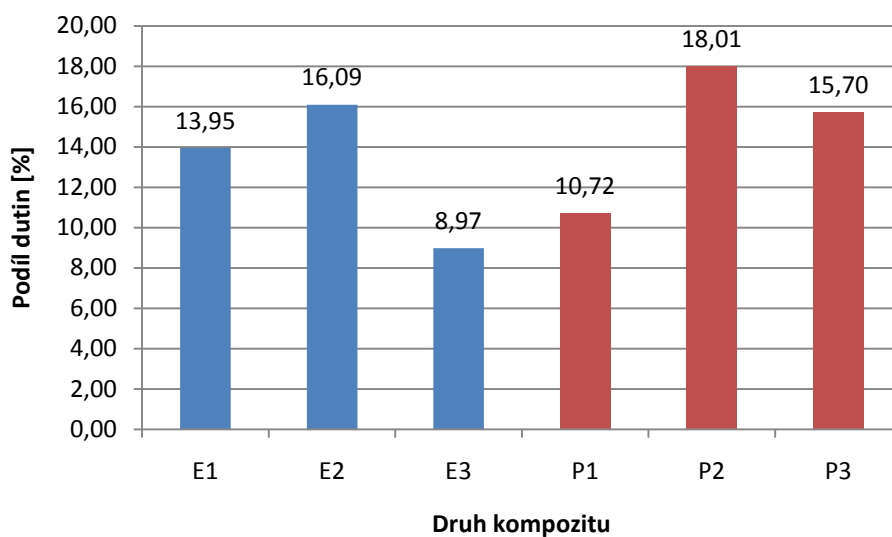
Obr. 6.1. Sloupkový graf počtu dutin v kompozitu

Nejvyšší průměrný počet dutin obsahuje kompozit s eporezitovou maticí „E1“, který obsahuje 343 dutin a vzorek „E3“ s 286 dutinami. Vzorek „P1 a P2“ obsahuje nejmenší počet dutin. Celkově Eporezitová matrice obsahuje více dutin, nežli matrice polyesterová.

PRŮMĚRNÁ PLOCHA DUTIN

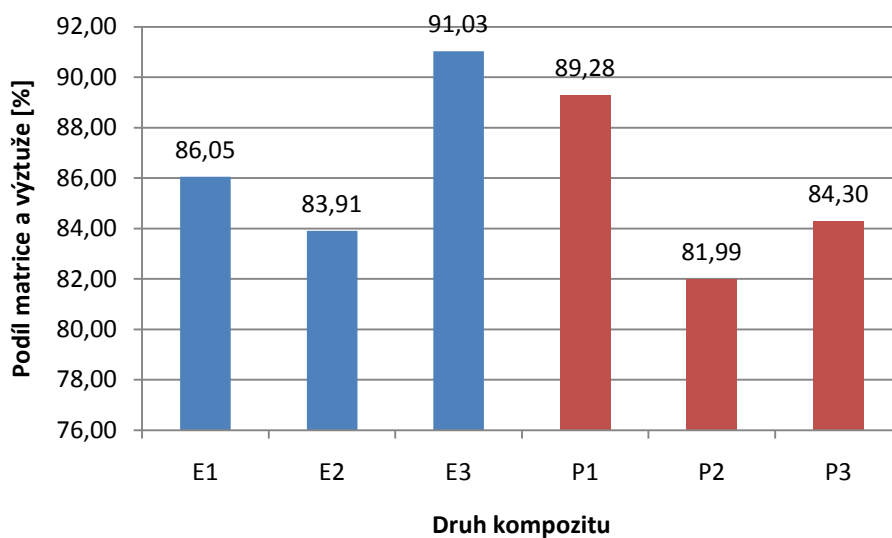
Obr. 6.2. Sloupkový graf průměrné plochy dutin v kompozitu

Největší průměrná hodnota plochy dutin byla u vzorku „P2 a P3“, jedná se o polyesterovou matici. Nejmenší průměrná plocha vyšla u vzorku „P1“ s polyesterovou maticí. Vzorky „E1, E2, E3“ mají velice podobné hodnoty průměrné plochy dutin. Eporezitová matrice obsahuje dutiny o velké průměrné ploše.

PODÍL DUTIN

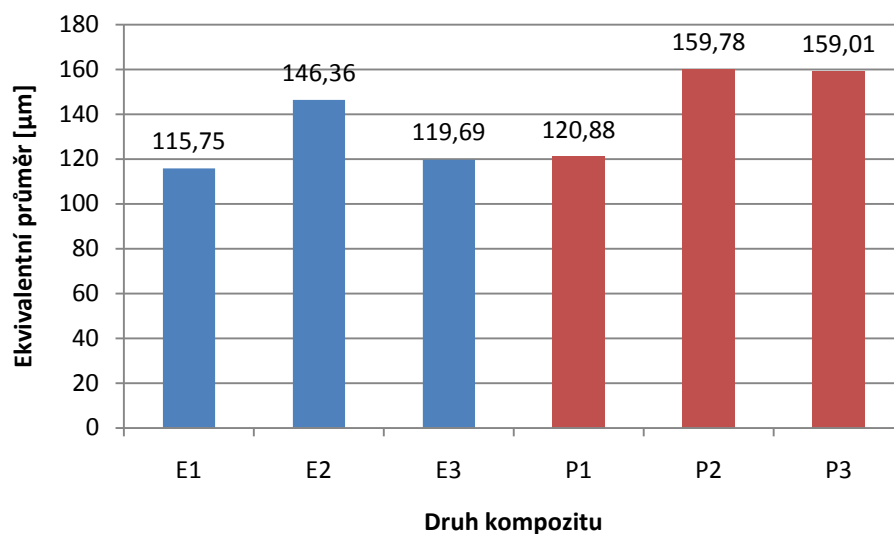
Obr. 6.3 Sloupkový graf podílu dutin v kompozitu

Největší podíl dutin vykazuje vzorek „P2 a E2“. Nejmenší podíl dutin je u vzorku „E3 a P1“. Podíl dutin je větší u polyesterové matrice 14,8 %, nežli u matrice eporezitové 13 %.

PODÍL MATRICE A VÝZTUŽE

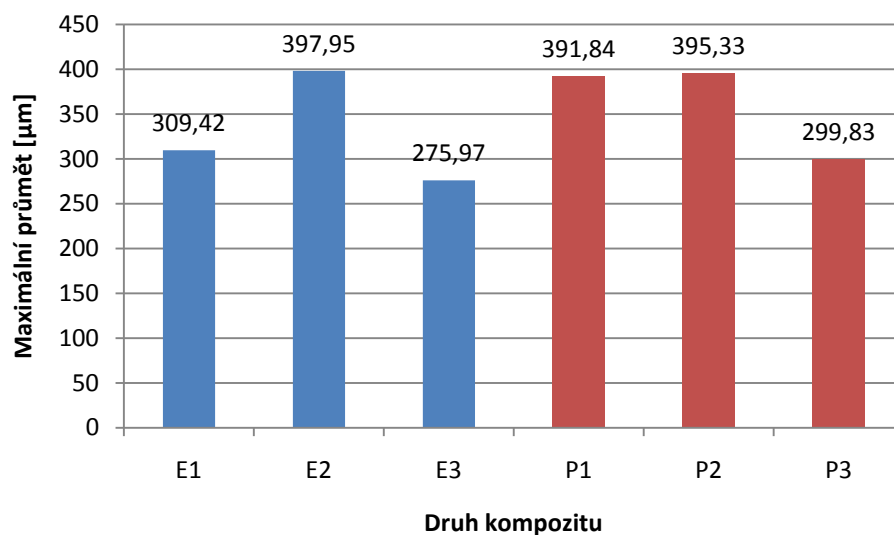
Obr. 6.4 Sloupkový graf podílu matrice a výztuže v kompozitu

Tento graf znázorňuje podíl matrice a výztuže u jednotlivých druhů kompozitu. Největší podíl matrice a výztuže obsahují ty druhy, které logicky obsahují méně dutin a to je vzorek „E3“ (eporezitová matrice) a „P1“ (polyesterová matrice). Naopak nejmenší podíl matrice a více dutin obsahuje vzorek „P2“ (polyesterová matrice) a „E2“ (eporezitová matrice).

EKVIVALENTNÍ PRŮMĚR

Obr. 6.5 Sloupkový graf ekvivalentního průměru dutin

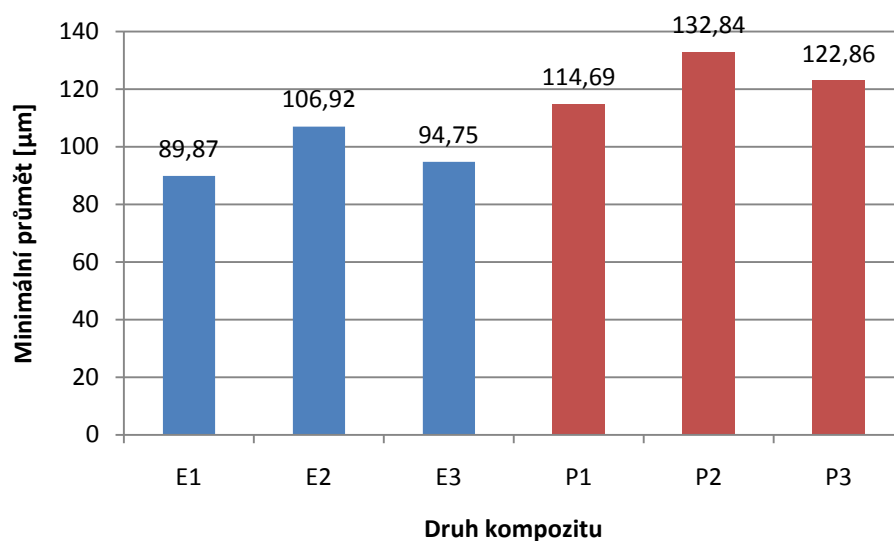
Ekvivalentní průměr měl nejvyšší hodnoty u vzorku „P2 a P3“. Ostatní vzorky měly menší, přibližně stejné hodnoty.

MAX. PRŮMĚT

Obr. 6.6 Sloupkový graf maximálního průmětu dutin

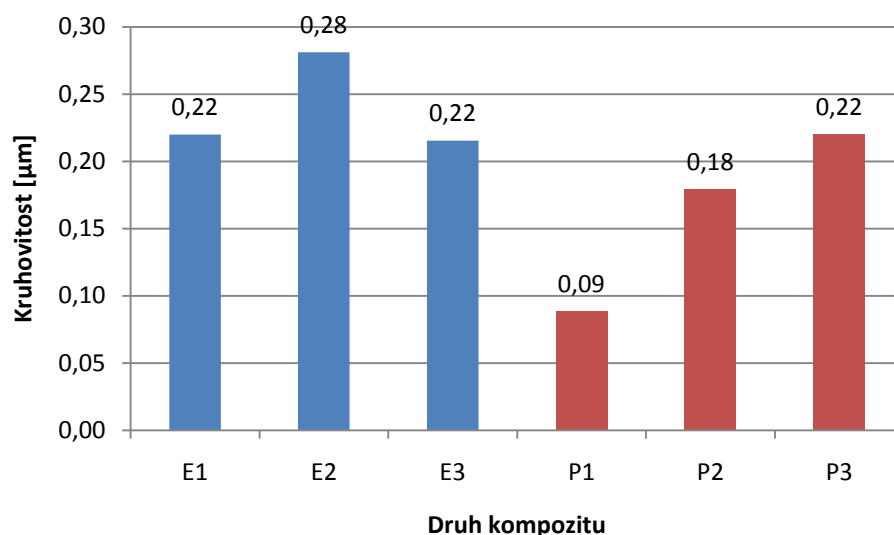
Nejvyšší hodnoty maximálního průmětu jsou u vzorku „E2, P1, P2“. Minimální hodnoty jsou u vzorku „E1, E3, P3“. Hodnoty maximálních hodnot jsou mezi 391,84 - 397,95 μm, naopak minimálních hodnot 275,97 – 309,42 μm. Eporezitová matrice má dutiny s malými hodnotami maximálního průmětu, na rozdíl od matrice polyesterové.



MIN. PRŮMĚT

Obr. 6.7 Sloupkový graf minimálního průmětu dutin

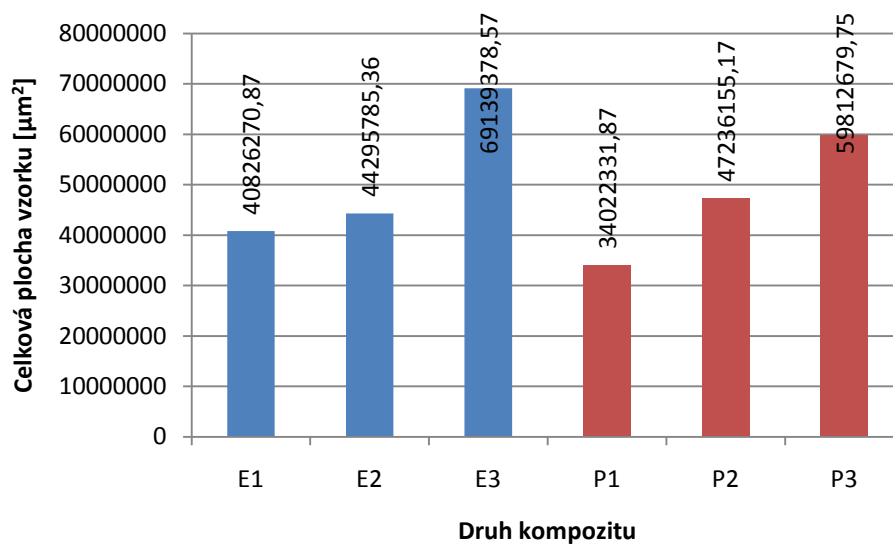
Zde byl výsledek očekávaný vzhledem k výsledkům maximálního průmětu. Existuje zde předpoklad, že pokud jsou vyšší hodnoty maximálního průmětu, budou hodnoty minimálního průmětu také vyšší. Nejvyšší hodnoty se vyskytují u vzorku „P2“, nejnižší u vzorku „E1“. Polyesterová matrice má vyšší hodnoty minimálního průměru.

KRUHOVITOST

Obr. 6.8 Sloupkový graf kruhovitosti dutin

Nejmenší hodnoty kruhovitosti má vzorek „P1“, největší vzorek „E2“. Ostatní hodnoty jsou přibližně podobné v rozsahu 0,18 – 0,22  $\mu\text{m}$ . Polyesterová matrice má malé hodnoty kruhovitosti dutin, na rozdíl od matrice epoxidové.



CELKOVÁ PLOCHA KOMPOZITU

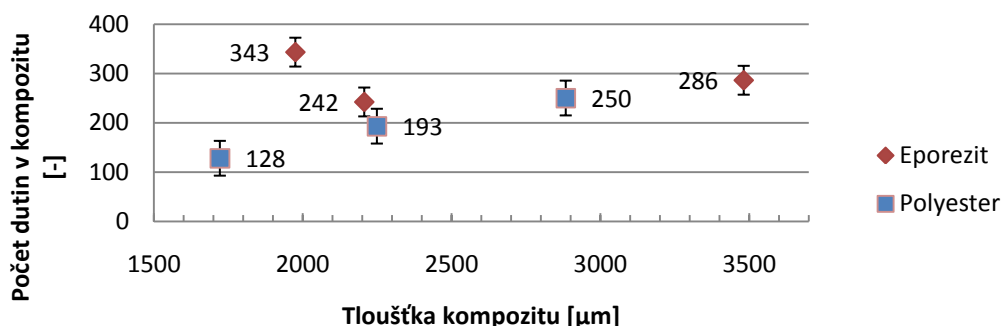
Obr. 6.9 Sloupkový graf celkové plochy kompozitu

Největší plocha kompozitu byla naměřena u druhu „E3 a P3“. Nejmenší plocha kompozitu vyšla u kompozitu s polyesterovou matricí „P1“. Vzorek „E2 a P2“ mají velice podobné hodnoty celkové plochy kompozitu. Vzorky s polyesterovou matricí mají menší celkovou plochu kompozitu, na rozdíl od matrice eporezitové.

### 6.1 Závislost měřených parametrů na tloušťce kompozitu

V této kapitole je cílem popsat závislost měřených parametrů na tloušťce kompozitu, Vzorky jsou seřazeny jako v předchozí kapitole E1 – E3, P1 – P3. Tloušťka kompozitu byla měřena v programu NIS – Elements.

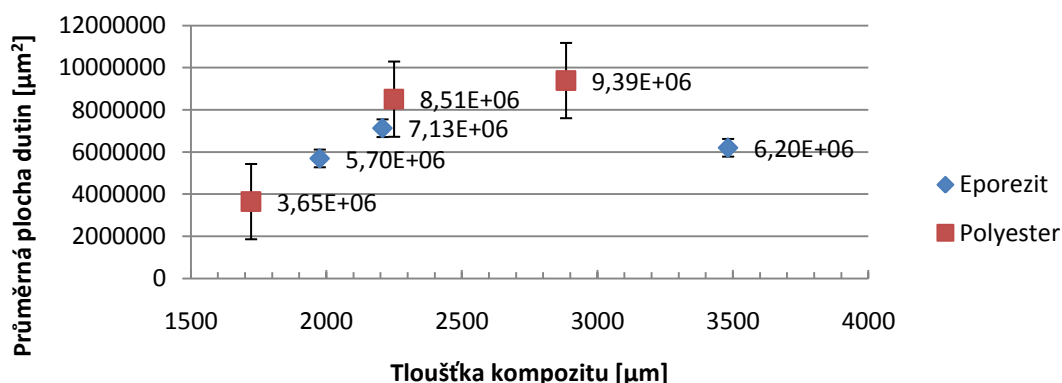
#### POČET DUTIN V KOMPOZITU



Obr. 6.1.1 Graf závislosti počtu dutin v kompozitu na tloušťce kompozitu

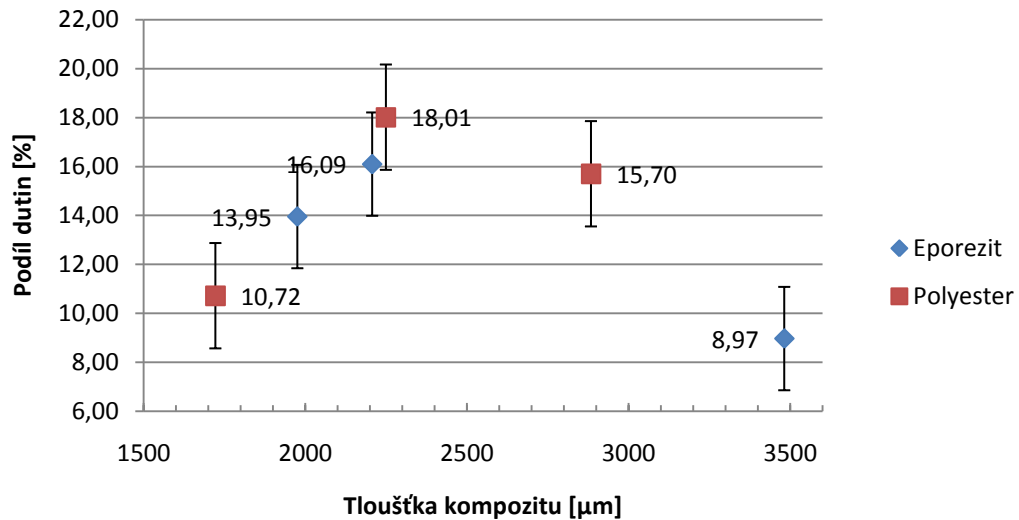
Eporezitová matrice má největší počet dutin u vzorku „E1 (343)“, který má zároveň nejmenší tloušťku nanovláknenného kompozitu u tohoto druhu, nejmenší počet dutin je u vzorku „E2 (242)“. Polyesterová matrice má nejmenší počet dutin u vzorku „P1 (128)“ a největší počet dutin u vzorku „P3 (250)“. S rostoucí tloušťkou kompozitu se zvětšuje i počet dutin s výjimkou „E1“. Největší počet dutin je u eporezitové matrice.

#### PRŮMĚRNÁ PLOCHA DUTIN



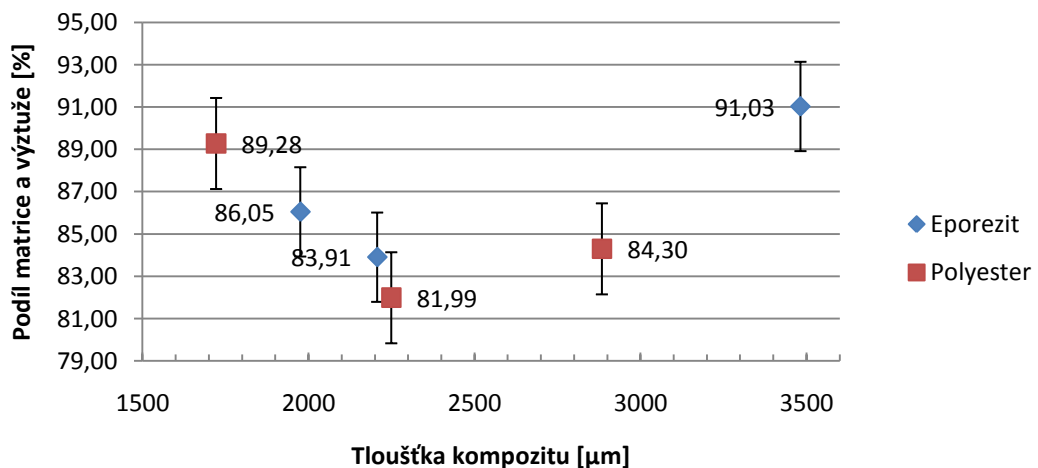
Obr. 6.1.2 Graf závislosti průměrné plochy dutin na tloušťce kompozitu

Průměrná plocha dutin u eporezitové matrice je nejmenší u vzorku „E1“, který má nejmenší tloušťku nanovláknenného kompozitu u toho druhu. S rostoucí tloušťkou průměrná plocha dutin stoupá až ke vzorku „E2“, kde průměrná plocha dutin začne klesat ke vzorku „E3“. Polyesterová matrice má nejmenší hodnoty u vzorku „P1“, který má nejmenší tloušťku. S rostoucí tloušťkou průměrná plocha dutin stoupá až ke vzorku „P3“.

PODÍL DUTIN

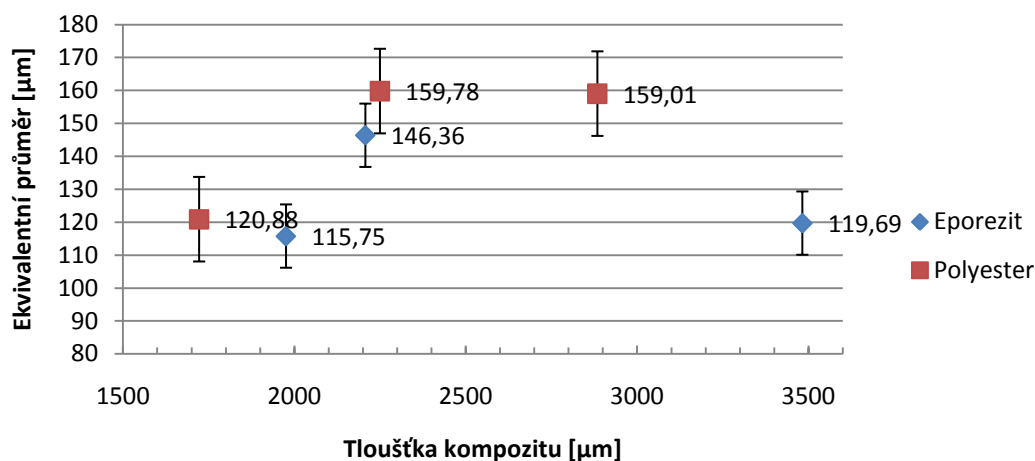
Obr. 6.1.3 Graf závislosti podílu dutin v kompozitu na tloušťce kompozitu

Podíl dutin u eporezitové matrice stoupá s rostoucí tloušťkou nanovláknenného kompozitu až ke vzorku „E2“, kde podíl dutin začne klesat. Nejmenší podíl dutin je u vzorku „E3“ a největší podíl dutin u vzorku „E2“. Polyesterová matrice má podobný charakter jako matrice eporezitová, kde podíl dutin stoupá ke vzorku „P2“, kde náhle začne klesat. Největší podíl dutin je u matrice polyesterové.

PODÍL MATRICE A VÝZTUŽE

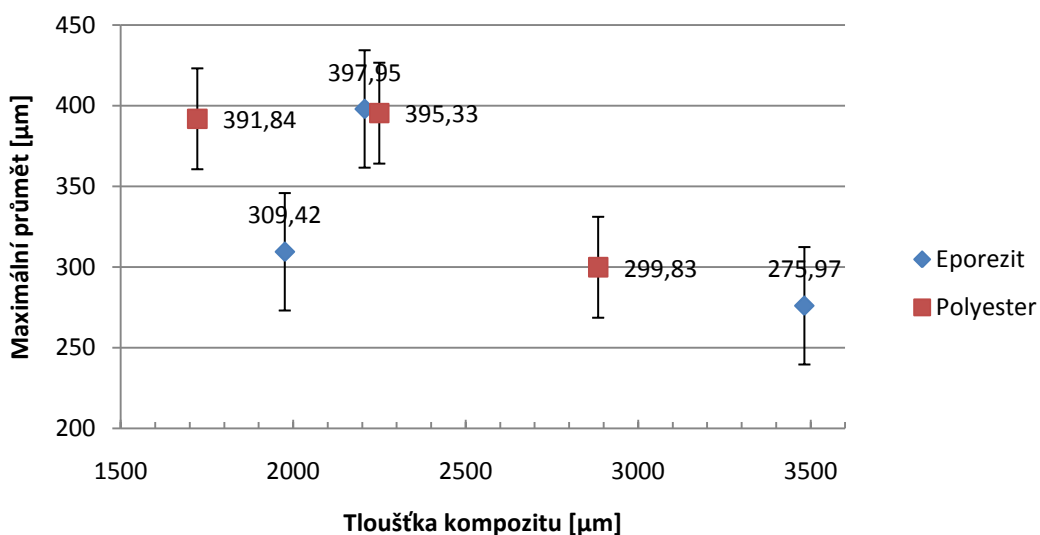
Obr. 6.1.4 Graf závislosti podílu matrice a výztuže na tloušťce kompozitu

Podíl matrice a výztuže je opačným výsledkem podílu dutin. Největší podíl matrice a výztuže u eporezitové matrice byla u vzorku „E3“, nejmenší u vzorku „E2“. Polyesterová matrice měla nejmenší podíl matrice a výztuže u vzorku „P2“ a nejvyšší u vzorku „P1“. Nejvyšší podíl matrice a výztuže byl u matrice eporezitové.

EKVIVALENTNÍ PRŮMĚR

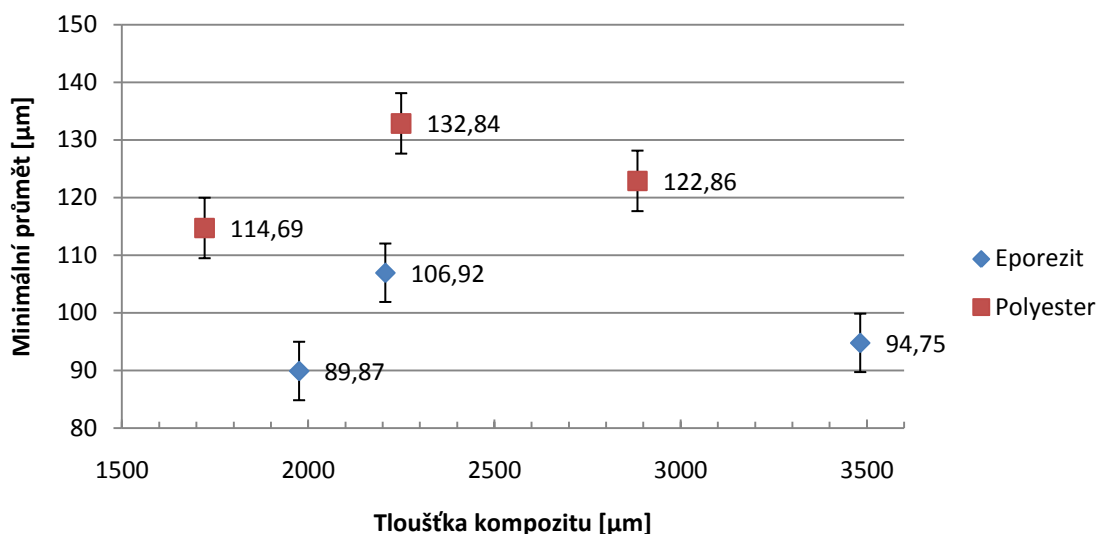
Obr. 6.1.5 Graf závislosti ekvivalentního průměru dutin na tloušťce kompozitu

Ekvivalentní průměr u eporezitové matrice vyšel nejmenší u vzorku „E1“, hodnota ekvivalentního průměru roste se zvětšující se tloušťkou kompozitu ke vzorku „E2“, kde křivka začne klesat ke vzorku „E3“. Polyesterová matrice má nejmenší ekvivalentní průměr u vzorku „P1“ s rostoucí tloušťkou je největší hodnota ekvivalentního průměru u „P2“, vzápětí „P3“. Největší ekvivalentní průměr byl u polyesterové matrice.

MAXIMÁLNÍ PRŮMĚT

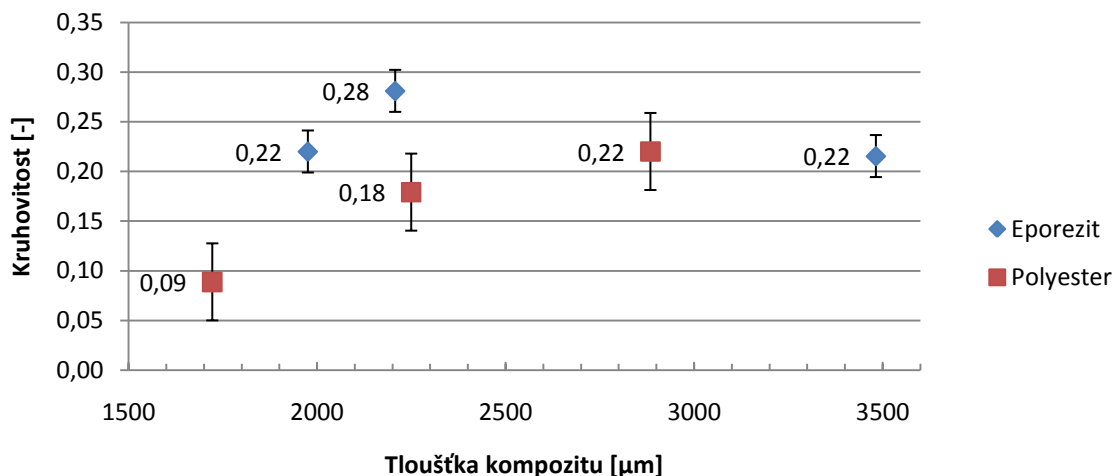
Obr. 6.1.6 Graf závislosti maximálního průmětu dutin na tloušťce kompozitu

Eporezitová matrice má maximální průmět nejvyšší u vzorku „E2“ a nejnižší u vorku E3“, který měl nejmenší tloušťku. Polyesterová matrice má nejvyšší maximální průmět u vzorků „P1 a P2“. U této matrice je patrné, že se zvětšující se tloušťkou kompozitu, klesají hodnoty maximálního průmětu. Maximální průmět byl nejvyšší u polyesterové matrice.

MINIMÁLNÍ PRŮMĚT

Obr. 6.1.7 Graf závislosti minimálního průmětu dutin na tloušťce kompozitu

Eporezitová matrice má minimální průmět nejmenší u vzorku „E1“, kde křivka roste se zvětšující se tloušťkou ke vzorku „E2“, kde vzápětí klesá k „E3“. Polyesterová matrice má hodnotu minimálního průmětu nejmenší u vzorku „P1“, nejvyšší u vzorku „P2“. Minimální průmět byl nejvyšší u polyesterové matrice.

KRUHOVITOST

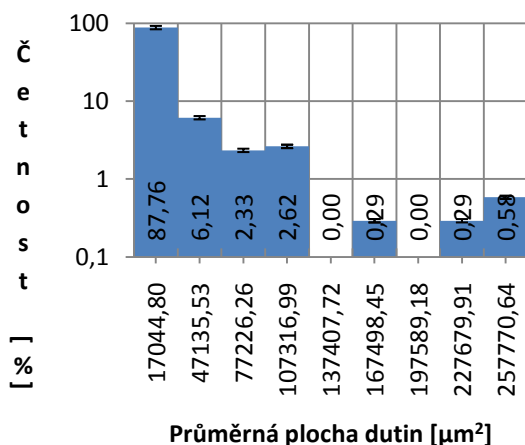
Graf 6.1.8 Graf závislosti kruhovitosti dutin na tloušťce kompozitu

Kruhovitost u eporezitové matrice je nejnižší u vzorku „E1 a E2“. Se zvětšující se tloušťkou kruhovitosť začne stoupat ke vzorku „E2“, kde dále klesá ke vzorku „E3“. U polyesterové matrice kruhovitosť roste se zvětšující se tloušťkou nanovláknenného kompozitu. Nejnižší kruhovitosť je u vzorku „P1“ a nejvyšší u vzorku „P3“. Kruhovitost je nejvyšší u eporezitové matrice.

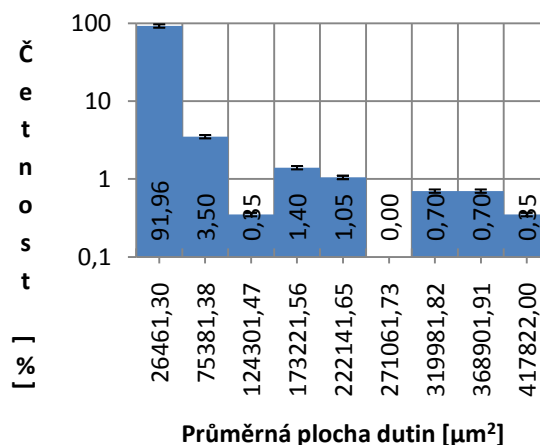
## 6.2 Histogramy měřených parametrů

Uvedené histogramy naměřených parametrů znázorňují četnosti ve srovnání s eporezitovou a polyesterovou matricí. Nyní je uveden pouze jeden parametr „průměrná plocha dutin“ a další jsou uvedeny v příloze č. 7.

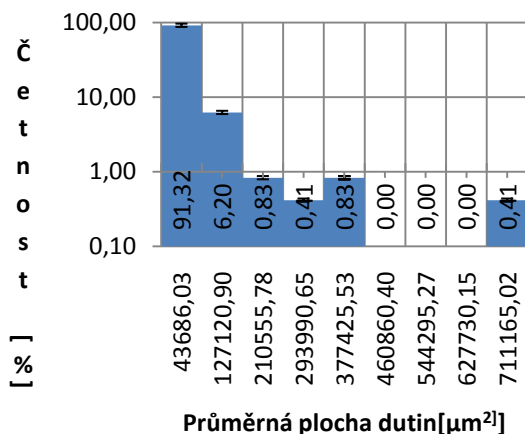
### PRŮMĚRNÁ PLOCHA DUTIN – EPOREZIT



Obr. 6.2.1 Histogram průměrné plochy dutin - EPOREZIT 1

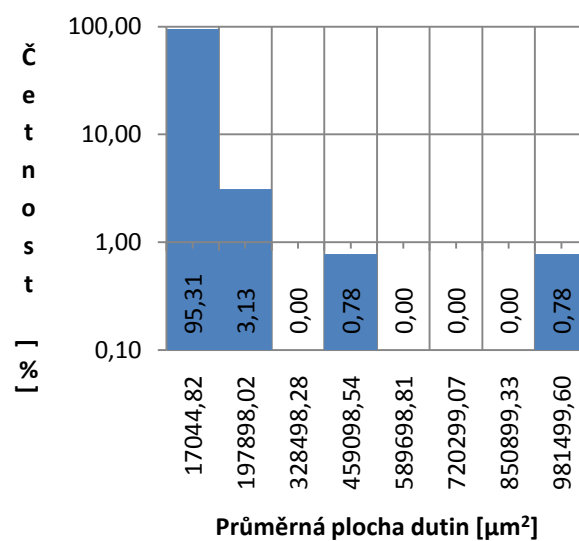
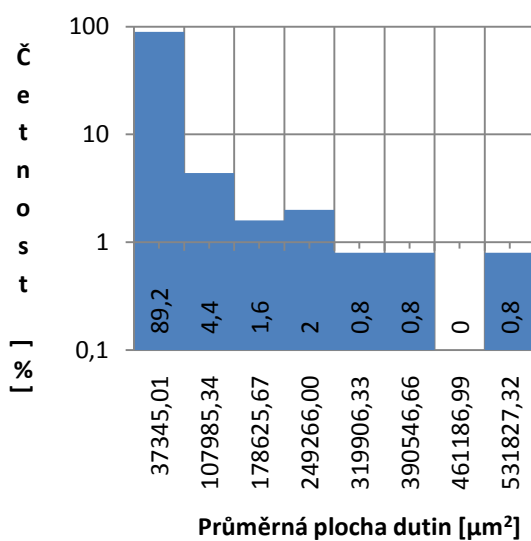


Obr. 6.2.3 Histogram průměrné plochy dutin - EPOREZIT 3



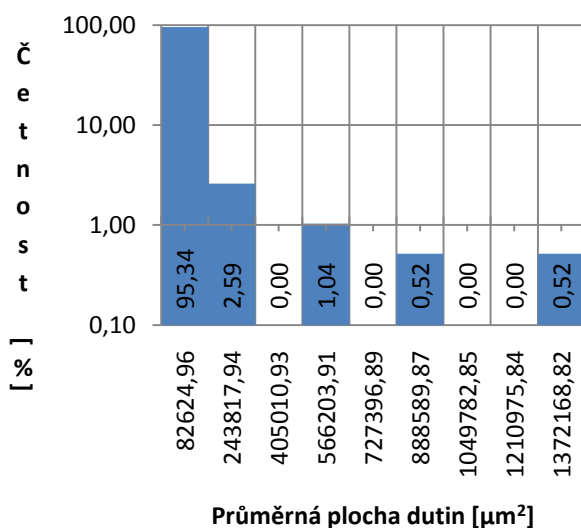
Obr. 6.2.2 Histogram průměrné plochy dutin - EPOREZIT 2

Histogramy vykazují téměř exponenciální průběh. Vzorek č. 1 má nejmenší průměrnou plochu dutin s největší relativní četností 88 % a hodnoty  $17044 \mu\text{m}^2$ . Velikost průměrné plochy dutin u vzorku č. 2 je  $43686 \mu\text{m}^2$  a má relativní četnost 91 %. Zbýlých 9 % tvoří dutiny o průměrné ploše od  $127\,120 - 711\,165 \mu\text{m}^2$ . Vzorek č. 3 má podobný charakter jako vzorek č. 2. S 92 % relativní četností velikost dutiny  $26461 \mu\text{m}^2$ .

**PRŮMĚRNÁ PLOCHA DUTIN - PES**

Obr. 6. 2. 4 Histogram průměrné plochy dutin – PES 1

Obr. 6. 2. 6 Histogram průměrné plochy dutin – PES 3



Obr. 6. 2. 5 Histogram průměrné plochy dutin – PES 2

Četnost průměrné plochy dutin u polyesterové matrice vyšla nejvyšší u vzorku č. 2 s četností 95,34 % a velikost průměrné plochy dutin  $82624,96 \mu\text{m}^2$ . Vzorek č. 1 má nejnižší četnost 89,2 % a velikost průměrné plochy  $37345,01 \mu\text{m}^2$ . U vzorku č. 3 je nejnižší průměrná plocha dutin  $17044,82 \mu\text{m}^2$  o četnosti 95,31 %. Další velikosti průměrných ploch dutin u těchto vzorků narostla od  $107985,34 - 1372168,82 \mu\text{m}^2$ , četnost těchto velikostí je velice malá od 4,4 – 0,52 %.

Tab. 11 Statistické výpočty naměřených parametrů pro eporezitovou matici

Druh		s	IS	LH	LD	Měřený parametr
1	16606,9	31355,97	3318,34	19925,26	13288,58	Vyplněná plocha
2	29458,7	68277,86	8602,41	38061,08	20856,26	
3	21684,62	55279,99	6406,68	28091,30	15277,94	
1	115,7	83,69	8,86	124,60	106,88	Ekv. průměr
2	146,36	124,81	15,72	162,08	130,64	
3	119,7	112,35	13,02	132,71	106,67	
1	309,42	658,23	69,66	379,08	239,76	Max. průmět
2	397,9	1026,50	129,33	527,28	268,62	
3	275,9	308,54	35,76	311,73	240,21	
1	89,87	75,56	8,00	97,87	81,87	Min. průmět
2	106,9	77,43	9,76	116,68	97,16	
3	94,7	78,45	9,09	103,84	85,66	
1	0,21	0,16	0,02	0,23	0,20	Kruhovitost
2	0,3	0,19	0,02	0,31	0,26	
3	0,21	0,17	0,02	0,24	0,20	
1	40826270,9	2313494,12	244832,71	41071103,58	40581438,16	Celková plocha vzorku
2	44295785,36	618781,97	77961,12	44373746,48	44217824,24	
3	69139378,6	1395822,57	161769,00	69301147,57	68977609,57	

Tab. 12 Statistické výpočty naměřených parametrů pro polyesterovou matici

Druh		s	IS	LH	LD	Měřený parametr
P1	37561,35	85178,82	10558,68	48120,03	27002,67	Vyplněná plocha
P2	44080,02	139255,39	19646,33	63726,35	24433,69	
P3	28495,5	105545,79	18284,54	46780,02	18284,52	
P1	159,01	146,89	18,21	177,22	140,80	Ekv. průměr
P2	159,78	164,63	23,23	205,30	136,55	
P3	120,88	140,50	24,34	145,22	96,54	
P1	299,83	339,15	42,04	341,87	257,79	Max. průmět
P2	395,33	1389,00	195,96	779,42	199,37	
P3	391,84	1119,07	193,87	585,71	197,97	
P1	122,86	94,05	11,66	134,52	111,20	Min. průmět
P2	132,84	133,36	18,81	169,72	114,03	
P3	114,69	128,90	22,33	137,02	92,36	
P1	0,22	0,17	0,02	0,24	0,20	Kruhovitost
P2	0,18	0,15	0,02	0,20	0,16	
P3	0,088	0,10	0,02	0,11	0,07	
P1	59812680	1855872,23	230052,08	60042731,83	59582627,67	Celková plocha vzorku
P2	47236155	1416145,46	199791,63	47435946,80	47036363,54	
P3	34022332	294889,45	51086,05	34073417,92	33971245,82	



## 7. DISKUZE NAMĚŘENÝCH PARAMETRŮ

Počet dutin v kompozitu je jednoznačně větší u eporezitové matrice, kde kompozit s nejmenší tloušťkou obsahuje nejvíce dutin a tloušťce kompozitu. To může být způsobeno mechanickými vlastnostmi použitých matric (pevnost, tuhost, tažnost) a výrobou kompozitu. U matrice polyesterové počet dutin roste s rostoucí tloušťkou, která nejspíše odpovídá počtu kladených vrstev. Čím větší tloušťka kompozitu, tím je předpoklad, že bude v kompozitu více nanovláknenných vrstev, mezi kterými mohou vzniknout vzduchové bubliny.

Průměrná plocha dutin je menší u kompozitu s eporezitovou matricí, který obsahuje více dutin nežli kompozit s polyesterovou matricí. To značí, že polyesterová matrice obsahuje dutiny rozsáhlejšího charakteru (větší plocha) a matrice eporezitová obsahuje dutiny o menší průměrné ploše. Z grafu obr. 6.1.2 je patrné, že u kompozitů s polyesterovou matricí roste průměrná plocha dutin s tloušťkou kompozitu.

Podíl dutin je větší u polyesterové matrice z důvodu velikosti průměrné plochy dutin viz tab. 9.

Podíl matrice a výztuže v kompozitu je úzce spjatý s výsledkem „Podílu dutin“. Podle grafu závislosti viz obr. 6.1.4 je u vzorku „E3“ podíl matrice a výztuže největší. U polyesterové matrice je to vzorek „P1“, který má naopak nejmenší tloušťku kompozitu. Tento výsledek může být způsobený ruční výrobou těchto kompozitů, kde vznikají vzduchové bubliny. Při stlačování nanovláknenného kompozitu, se vzniklé dutiny dále tvarují.

Ekvivalentní průměr dutin u eporezitové matrice rostl s tloušťkou kompozitu, ale u vzorku „E2“ klesl. Příčina může být ve výrobním procesu kompozitu a množství kladených vrstev.

Z poměru následujících veličin lze odvodit tvar dutin

Maximální průmět značí tvar dutiny (její maximální průměr). Viz obr. 6.1.6, který znázorňuje hodnoty maximálního průmětu v závislosti na tloušťce kompozitu. U eporezitové matrice maximální průmět s rostoucí tloušťkou stoupá. Zátěž při tvorbě kompozitu byla 5 kg. Čím je kompozit tenčí, tím více síla působí na daný povrch a dutinu více stlačí, to způsobí větší maximální průmět dutiny. Vzorek „E3“, který má největší tloušťku, má zároveň i menší maximální průmět dutin společně se vzorkem „P3“.

Minimální průmět také charakterizuje tvar dutiny. Čím menší minimální průmět je, tím více je dutina zploštělá a může více odolávat mechanickému namáhání. V případě většího minimálního průmětu je dutina otevřená a v důsledku mechanického namáhání můžou její

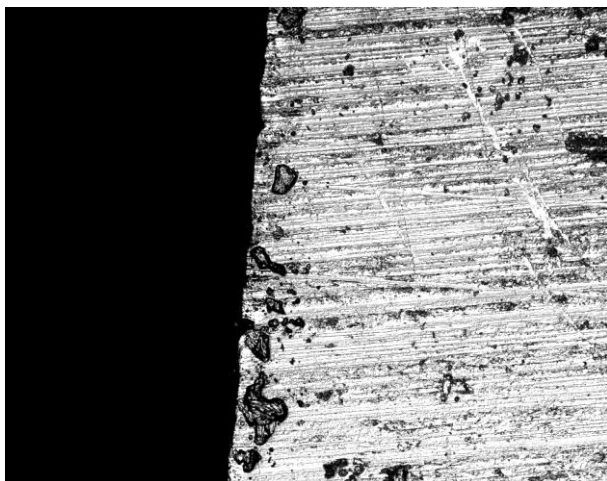
okraje vést k deformacím. Opět platí závislost tloušťky kompozitu a zatěžovací síly, která byla popsána v „Maximálním průmětu“

Kruhovitost je dalším parametrem, který definuje tvar dutin. V případě eporezitové matrice kruhovitost přesně kopíruje výsledek maximálního, minimálního průmětu. To potvrzuje, že tloušťka kompozitu a počet umístěných nanovláknenných vrstev ovlivňuje společně se zatěžující silou tvar dutin. Hodnota kruhovitosti, kdy je to ideální kruh je 1. V případě použitých kompozitů není tato hodnota větší nežli 0,3, to značí tvar dutiny, který je šiškovitého tvaru.

## 8. DISKUZE VÝSLEDKŮ NÁSNÍMANÝCH OBRAZŮ

### 8.1 Kompozit č. 1

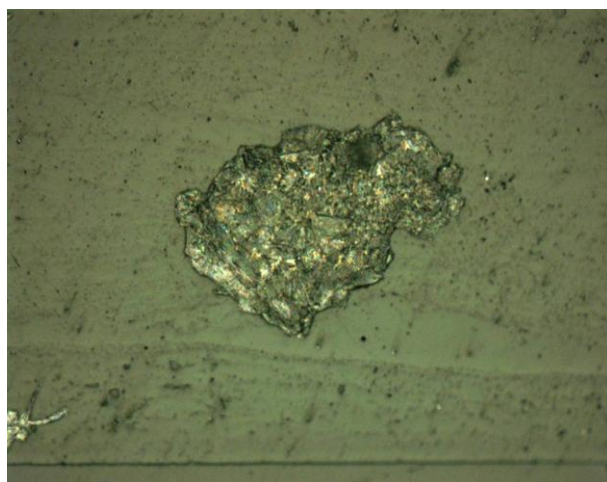
Snímání kompozitu a příčného řezu na konfokálním mikroskopu (obr. 8.1.1 a, b, c, d), příčného řezu (obr. 8.1.1 e, f) pomocí rastrovací elektronové mikroskopie. Dále snímání složeného obrazu (obr. 8.1.1 g) pomocí světelné mikroskopie.



a) Konfokální mikroskopie (konfokální mode)



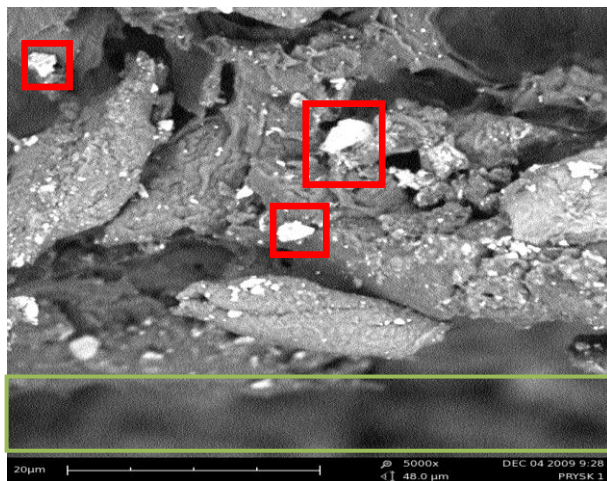
b) Konfokální mikroskopie (konfokální mode)



c) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



d) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



e) REM



f) REM



g) Světelná mikroskopie

Obr. 8.1.1 Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie a) hrana kompozitu (po zkoušce) snímáná na konfokálním mikroskopu, zvětšení 720x, b) povrch kompozitu (po zkoušce), konfokální mikroskopie, zvětšení 1440x, c) příčný řez snímáný na konfokálním mikroskopu, zvětšení 1440x, d) příčný řez, zvětšení 3600x, konfokální mikroskopie, e) příčný řez, zvětšení 5000x, rastrovací mikroskopie, f) kompozit, zvětšení 5000x, rastrovací mikroskopie, g) složený obraz pomocí světelné mikroskopie, zvětšení 10x

**Konfokální mikroskop:** Snímáný obraz kompozitu (obr. 8.1.1 a, b), vytvořený pomocí konfokální mikroskopie. Snímky znázorňují strukturu povrchu kompozitu, který byl snímán pod 1440x zvětšením. Povrch není broušený ani leštěný a na povrchu se tedy objevují rýhy, dutiny a různé odstíny zbarvení.

Obraz příčných řezů (obr. 8.1.1 c, d). Povrch příčného řezu je velice dobře povrchově zpracovaný. Je hladký, bez škrábanců po brousícím papíru, ideální pro snímání. Na povrchu příčného řezu (obr. 8.1.1 c) vznikl útvar (dutinka), který vznikl zřejmě v důsledku odbroušení vrstvy matrice a uvolnění (odloupnutí) části matrice. Tato dutinka, která byla během přípravy řezu (broušení a leštění) zanešena zbytky diamantové leštící pasty, která měla světélkující charakter.

Dutina vytvořená na povrchu (obr. 8.1.1 d), vznikla v důsledku výrobního procesu kompozitu (tvar dutiny napovídá, že ve struktuře kompozitu byla zřejmě vzduchová bublina). Tento objekt je velice špatně snímatelný. Při větších zvětšeních nelze zaostřit v celé „hloubce“ útvaru, a to i přes úpravy intenzity světla, paprsku a nastavení.

**REM:** Při porovnání příčného řezu (obr. 8.1.1 e) připraveného výše popsáním způsobem (viz kapitola 4.3.1) a řezu kompozitu bez speciální přípravy (Obr. 8.1.1 f), které jsou vytvořeny pomocí REM, je viditelný rozdíl kvality snímku. Příčný řez „e“ je na spodním okraji rozmazaný, nezaostřený, a tvoří špatné podmínky pro vyhodnocení snímku. Oproti snímku kompozitu „f“, který je ostrý, znázorňuje vlákna a strukturu matrice.

**Světelná mikroskopie:** Snímání složeného obrazu (obr. 8.1.1 g), který znázorňuje povrch příčného řezu pod 10x zvětšením. Znázorňuje poškození dutiny a prvky, na které se lze dále zaměřit z hlediska mikrostruktury pomocí rastrovacího nebo konfokálního mikroskopu. Tento typ obrazu je tedy vhodný pro popis struktury z hlediska popisu defektů, jako jsou vzduchové bubliny, (vzniklé během přípravy kompozitu) a například větší mechanické defekty.

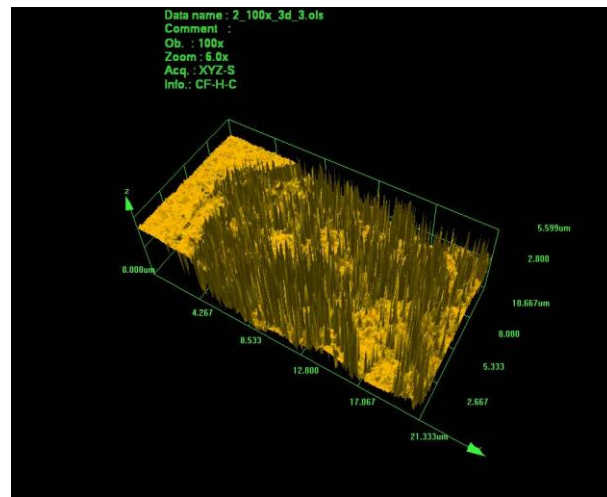


## 8.2 Kompozit č. 2

Snímání příčného řezu na konfokálním mikroskopu (obr. 8.2.1 a, b, c), příčného řezu (obr. 8.2.1 d) a řezu kompozitu (obr. 8.2.1 e) pomocí rastrovací elektronové mikroskopie. Dále snímání složeného obrazu (obr. 8.2.1 f) pomocí světelné mikroskopie.



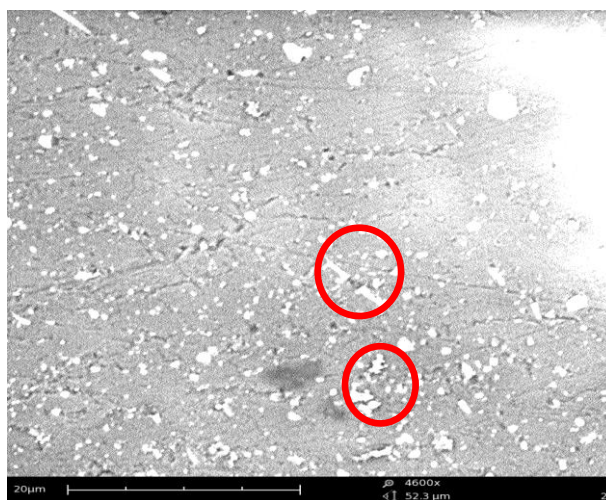
a) konfokální mikroskopie (konfokální mode)



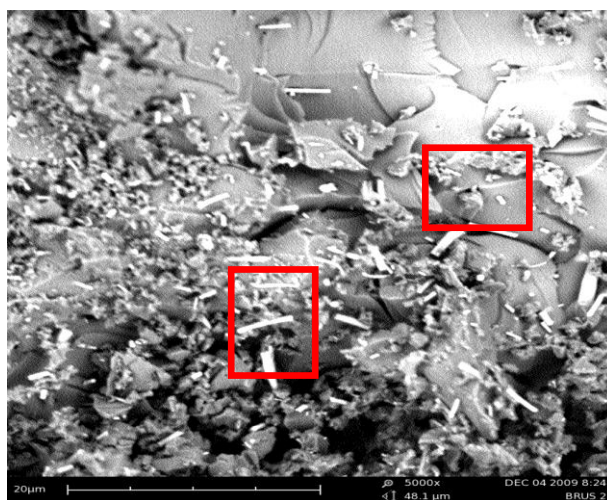
b) Konfokální mikroskopie



c) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



d) REM



e) REM



f) Světelná mikroskopie

Obr. 5.2.1 Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie a) příčný řez, 7200x zvětšení, konfokální mikroskopie, b) 3d zobrazení snímku „a“, c) příčný řez, zvětšení 3600x, konfokální mikroskopie, d) příčný řez, zvětšení 4600x, rastrovací mikroskopie, e) řez kompozitu, zvětšení 5000x, rastrovací mikroskopie, f) světelná mikroskopie, zvětšení 10x, složený obraz

**Konfokální mikroskopie:** Při leštění vznikly na povrchu drobné zaleštěné škrábance, které jsou pro snímání nežádoucí. Komplikují hodnocení, narušují pozornost a smysl pro detail. Na příčném řezu (obr. 8.2.1 a), který snímáný pomocí konfokální mikroskopie, při zvětšení 7200x jsou pozorovatelná malá světélkující vlákna. Na ukázkou strukturních prvků byly vybrány dvě dutiny, pro které se provedlo 3D snímání povrchu (obr. 8.2.1 b), kde výsledek znázorňuje povrchovou aktivitu uvnitř dutiny.

Dutina (Obr. 8.2.1 c) na povrchu příčného řezu, zanešena zbytky lešticí pasty. Obraz je kolem dutiny neostrý, nepodařilo se provést kvalitní ostrý snímek i přes úpravy paprsku a intenzity světla. Dutina opět vznikla v důsledku výrobního procesu kompozitu (vzduchová bublina).

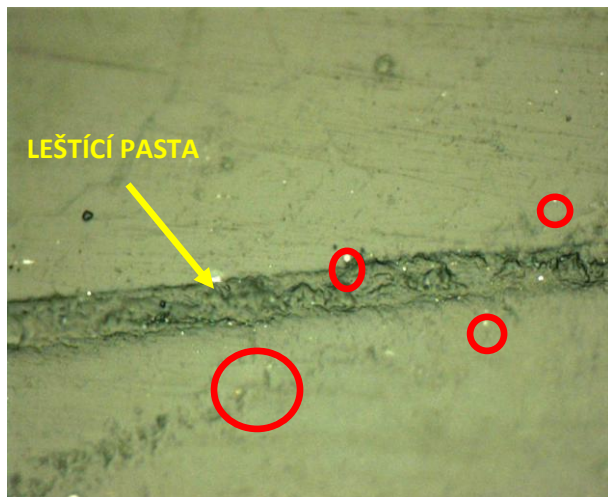
**REM:** Snímání příčného řezu (Obr. 8.2.1 d) a řezu kompozitu (Obr. 8.2.1 e). Zvětšení obou snímků je shodné pro porovnávání a zhodnocení 5000x. Na první pohled je zřejmé, že snímání řezu kompozitu „e“ je velice povedené. Je vidět struktura matrice, mezi kterou se rozléhají vlákna, na rozdíl od příčného řezu „d“, kde jsou vidět pouze světélkující, nejasné útvary. Po porovnání těchto dvou snímků je snímání nanovláknenného kompozitu touto metodou nejideálnější.

**Světelná mikroskopie:** Složený obraz (Obr 8.2.1 d) znázorňuje povrch příčného řezu. Zobrazuje poškrábaná místa, dutiny a prvky, na které se dále lze zaměřit z hlediska mikrostruktury. Tento typ obrazu je tedy vhodný pro popis struktury a další zpracování (snímání).



### 8.3 Kompozit č. 3

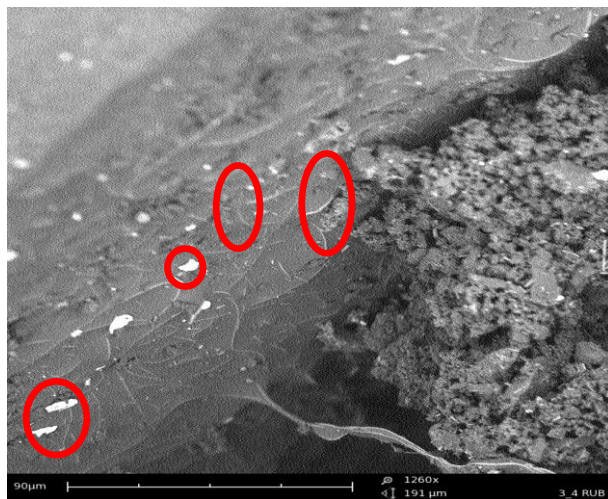
Snímání příčného řezu na konfokálním mikroskopu (obr. 8.3.1 a) a rubní strany příčného řezu (obr. 8.3.1 b, c), řezu kompozitu (obr. 8.3.1 d, e) pomocí rastrovací elektronové mikroskopie. Dále snímání složeného obrazu (obr. 8.3.1 f) pomocí světelné mikroskopie.



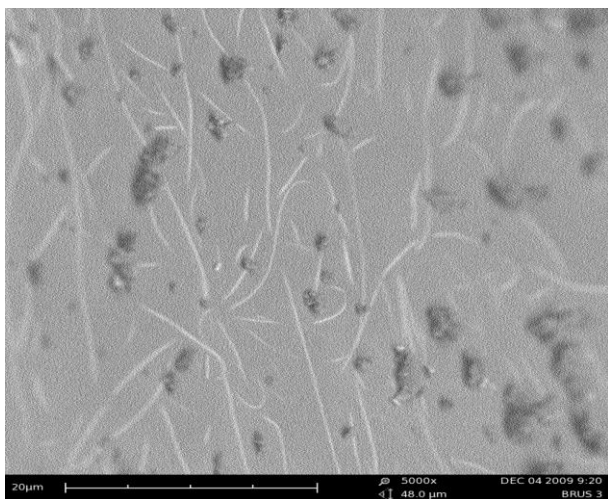
a) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



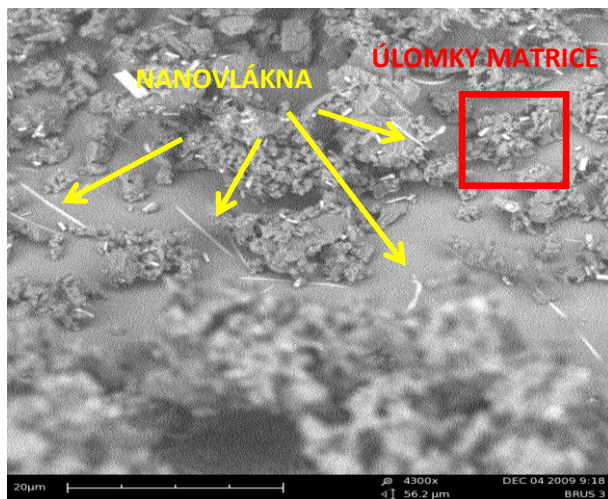
b) REM



c) REM



d) REM



e) REM



f) Světelná mikroskopie

Obr. 5.3.1 Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie a) příčný řez, zvětšení 3600x, konfokální mikroskopie, b) snímání neupravené rubní strany příčného řezu pomocí rastrovací mikroskopie, zvětšení 440x, c) snímání neupravené rubní strana příčného řezu, zvětšení 1260x, d) řez kompozitu, zvětšení 4300x, rastrovací mikroskopie, e) řez kompozitu, zvětšení 5000x, rastrovací mikroskopie, f) světelná mikroskopie, zvětšení 10x, složený obraz

**Konfokální mikroskopie:** Snímání příčného řezu (obr. 8.3.1 a) pod 3600x zvětšením vede k viditelnosti světélkujících vláken. Povrch je hladký bez škrábanců, které by mohly narušovat snímání povrchu. Místy jsou zanešeny zbytky leštící diamantové pasty, které světélkují.

**REM:** Při snímání příčných řezů a řezu kompozitů na rastrovacím mikroskopu byla vznesena myšlenka snímat rubní stranu příčného řezu (obr. 8.3.1 b, c), která nebyla broušená ani leštěná. Její povrch je pouze zbroušen na stolní brusné pile, aby byla zajištěna rovina povrchu příčného řezu při snímání. Rubní strana příčného řezu obsahuje podobné strukturní prvky jako snímáný řez nanovláknenného kompozitu (obr. 8.3.1 d, e). Výsledek tohoto pokusu vede k použití nezalitých příčných řezů nanovláknenného kompozitu, který vykazuje více strukturních prvků.

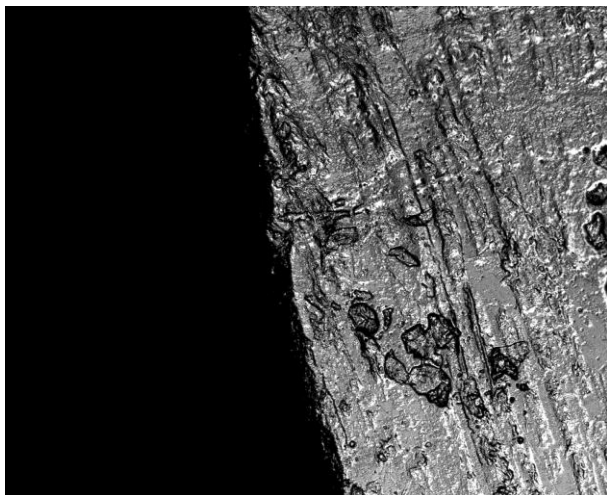
(obr. 8.3.1 d, e) znázorňuje nezalitý příčný řez nanovláknenného kompozitu. Oba tyto obrazy jsou velice bohaté na viditelnost vláken a strukturních prvků. Vlákná uprostřed snímané dutiny (obr. 8.3.1 d) se tyčí přímo z povrchu matrice. Na obrázku „e“ jsou vlákna rozprostřena mezi úlomky matrice.

**Světelná mikroskopie:** Složený obraz 30 x 5 polí (obr. 8.5.1 f). Snímek zachycuje povrch příčného řezu a jeho povrchové strukturní prvky (dutiny, rýhy). Tento složený obraz je velice tmavý, ale i přes tuto negativní vlastnost dokáže posloužit pro popis jednotlivých strukturních prvků pro jejich další zpracování.

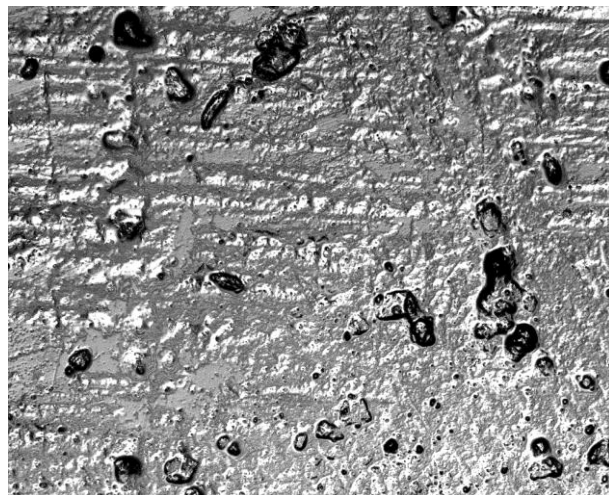


#### 8.4 Kompozit č. 4

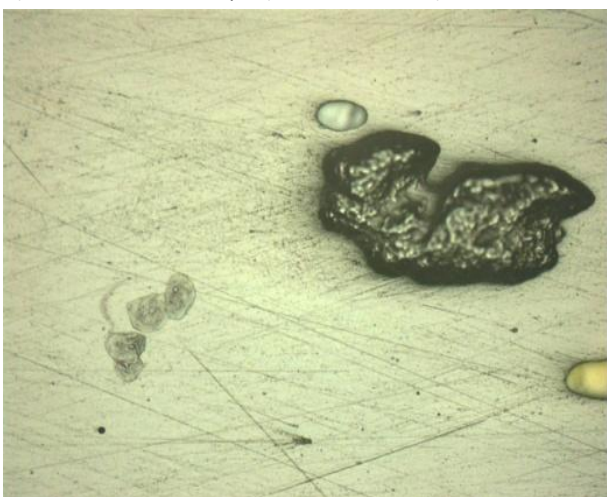
Snímání kompozitu (obr. 8.4.1 a, b) a příčného řezu (obr. 8.4.1 c, d) na konfokálním mikroskopu, kompozitu (obr. 8.4.1 e, f) pomocí REM a snímání pozlaceného příčného řezu na rastrovacím a konfokálním mikroskopu (obr. 8.4.1 g, h). Složený obraz (obr. 8.4.1 i) pomocí světelné mikroskopie.



a) Konfokální mikroskopie (konfokální mode)



b) Konfokální mikroskopie (konfokální mode)



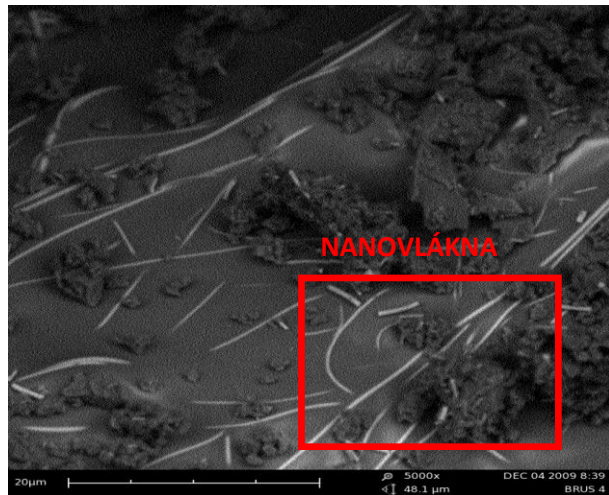
c) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



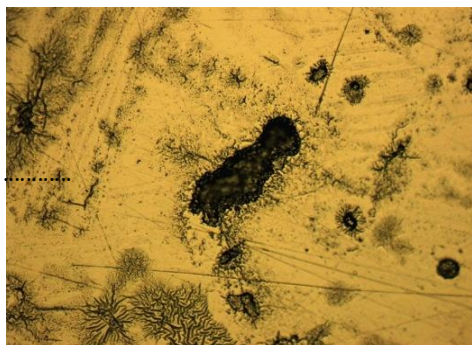
d) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



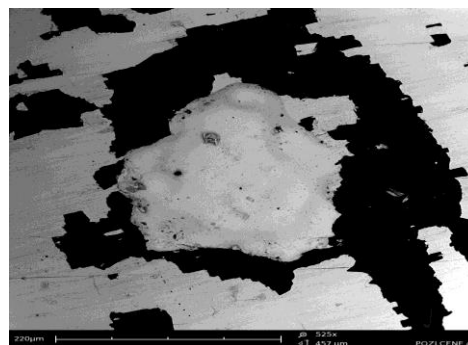
e) REM



f) REM



g) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



h) REM



ch) Světelná mikroskopie

Obr. 5.4.1 Konfokální, REM, světelná mikroskopie a) konfokální mikroskopie, hrana kompozitu (po lomu) matrice PES, zvětšení 720x, b) konfokální mikroskopie, povrch kompozitu (po lomu), zvětšení 720x, c) příčný řez, zvětšení 720x, konfokální mikroskopie, d) příčný řez, zvětšení 3600x, konfokální mikroskopie e) řez kompozitu, zvětšení 365x, rastrovací mikroskopie, f) řez kompozitu, zvětšení 5000x, rastrovací mikroskopie, g) konfokální mikroskopie, pozlacený příčný řez, zvětšení 1440x, h) rastrovací mikroskopie, pozlacený příčný řez zvětšení 525x, i) světelná mikroskopie, zvětšení 10x

**Konfokální mikroskopie:** Hrana a povrch kompozitu (obr. 8.4.1 a, b) snímaného pomocí konfokální mikroskopie má znázornit strukturu povrchu kompozitu. Povrch není broušený ani leštěný a objevují se na něm rýhy, dutiny a různá zbarvení.

Konfokální mikroskopie (obr. 8.4.1 c), zachycuje povrch příčného řezu při zvětšení 720x. Povrch je značně poškrábaný po broušení. V tomto případě by se mělo leštění provádět delší dobu.

Dutinka (obr. 8.4.1 d) vzniklá výrobním procesem (broušení) je zanesena zbytky diamantové leštící pasty, které světélkují. Obraz se po stranách rozostřuje důsledkem velkého zvětšení a nedostatečné upínací roviny příčného řezu.

**REM:** Dutina řezu kompozitu (obr. 8.4.1 e, f) je snímána pod 365x zvětšením a zachycuje kvěťákovité útvary uvnitř dutiny. Při detailnějším zvětšení 5000x (obr. 8.4.1 f) se nádherně tyčí vlákna, mezi kterými jsou úlomky matrice. Obraz je velice ostrý bez zjevných vad.

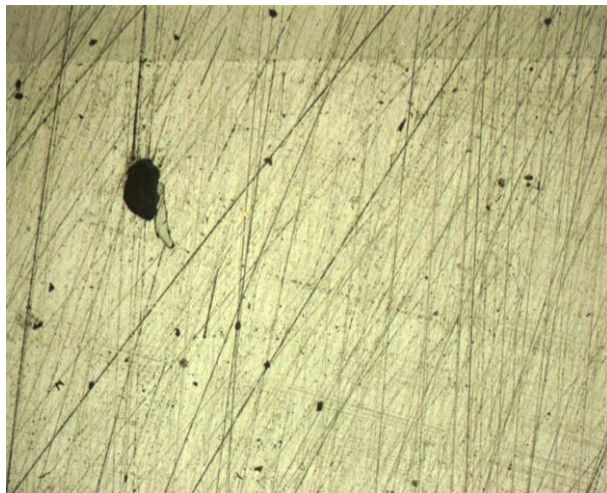
Pro zkvalitnění snímání se provedlo pozlacení příčných řezů (obr. 8.4.1 g, h). Snímalo se pomocí konfokální mikroskopie (obr. 8.4.1 g) a rastrovací mikroskopie (obr. 8.4.1 h). Povrch kompozitu je zalitý pod vrstvou zlata a nejsou vidět žádné strukturní prvky (dutiny, vlákna). „Zalití“ se potvrdilo u obou metod snímání (konfokální mikroskopie, REM).

**Světelná mikroskopie:** Složený obraz (obr. 8.4.1 i) znázorňující dutiny na povrchu materiálu, vzniklé v důsledku výrobního procesu kompozitů.

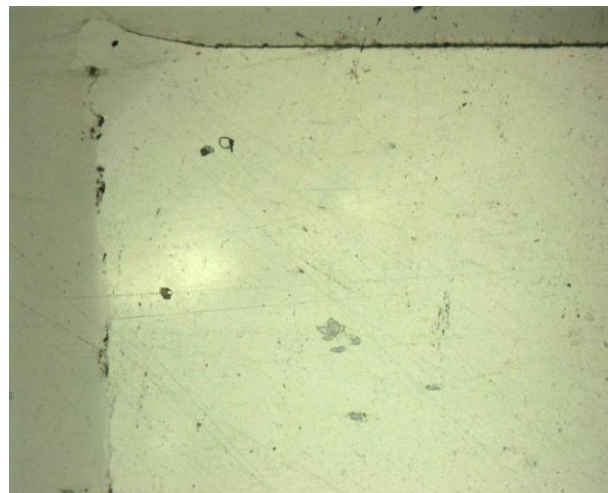


### 8.5 Kompozit č. 5

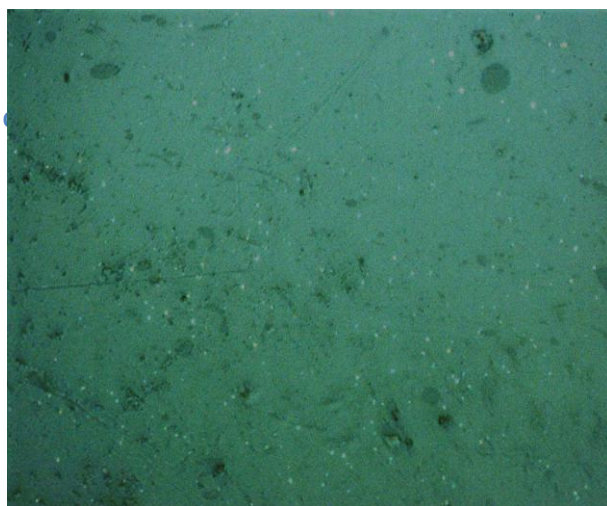
Snímání příčného řezu na konfokálním mikroskopu (obr. 8.5.1 a, b, c, d), řezu kompozitu a rubní strany „e“ příčného řezu (obr. 8.5.1 e, f) pomocí REM. Dále složený obraz (obr. 8.5.1 g).



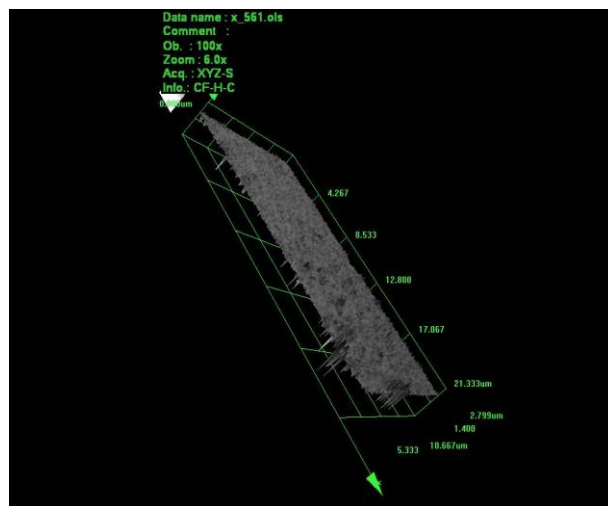
a) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



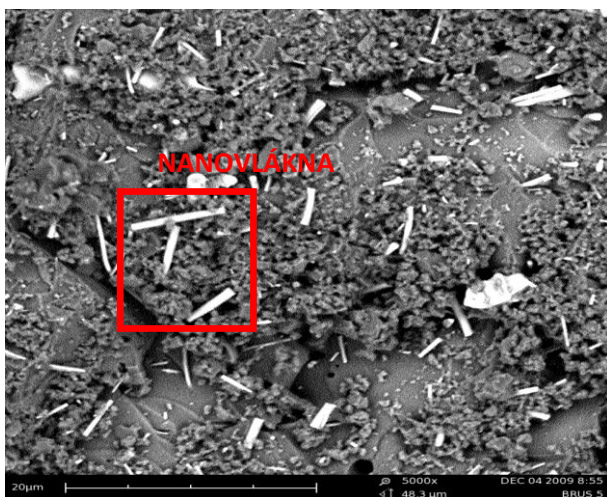
b) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



c) Konfokální mikroskopie (konfokální mode)



d) Konfokální mikroskopie



e) Rastrovací mikroskopie



f) Rastrovací mikroskopie



g) Světelná mikroskopie

Obr. 5.5.1 Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie a) konfokální mikroskopie, první snímání příčného řezu před broušením diamantovou pastou, zvětšení 360x, b) konfokální mikroskopie, zvětšení 720x, po broušení diamantovou pastou, c) konfokální mikroskopie, zvětšení 7200x, světélkující vlákna, d) 3D snímání „C“, konfokální mikroskopie, e) řez kompozitu, zvětšení 5000x, rastrovací mikroskopie, f) rubní strana příčného řezu, zvětšení 6400x, rastrovací mikroskopie, g) světelná mikroskopie, složený obraz, 10x

**Konfokální mikroskopie:** Porovnaný obraz příčného řezu (obr. 8.5.1 a), který je broušen brousícím papírem (zrnitost 1200), oproti vyleštěnému příčnému řezu (obr. 8.5.1 b), který prošel brousícím a leštícím procesem s použitím diamantové pasty.

Příčný řez (obr. 8.5.1 c) snímáný pomocí konfokální mikroskopie, zvětšení 7200x znázorňuje malá světélkující vlákna. 3D snímek obrazu „C“, zobrazuje drobné povrchové nerovnosti (Obr. 8.5.1 d).

**REM:** Řez nanovláknenného kompozitu (obr. 8.5.1 e) znázorňuje úlomky vláken mezi matrací. Rubní strana příčného řezu (obr. 8.5.1 f) obsahuje podobný obraz, ale liší se uspořádáním matrice. Řez nanovláknenného kompozitu „e“ má matrici více do prostoru a obsahuje více vláken, než rubní strana příčného řezu „f“.

**Světelná mikroskopie:** Složený obraz (obr. 8.5.1 g), který znázorňuje povrch příčného řezu pod 10x zvětšením znázorňuje dutiny, vady řezu a prvky, na které se lze dále zaměřit z hlediska mikrostruktury pomocí rastrovacího nebo konfokálního mikroskopu. Tento typ obrazu je vhodný pro popis struktury z hlediska popisu defektů (bubliny, větší mechanické poškození).

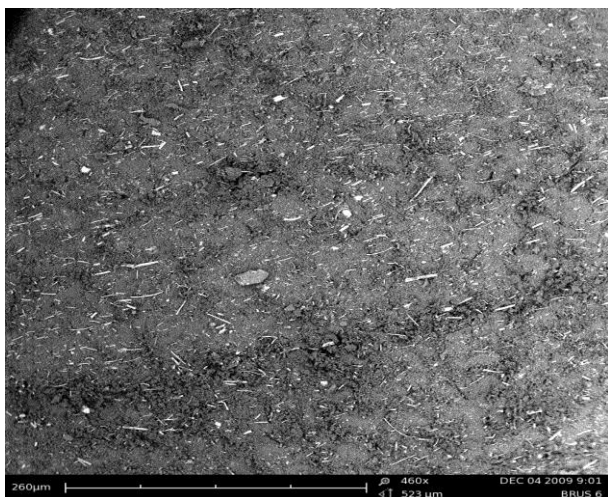


### 8.6 Kompozit č. 6

Snímání příčného řezu (obr. 8.6.1 a) pomocí konfokálního mikroskopu. Řezů kompozitu (obr. 8.6.1 b, c) a příčného řezu (obr. 8.6.1 d, e) na rastrovacím mikroskopu. Dále snímání složeného obrazu (obr. 8.6.1 f).



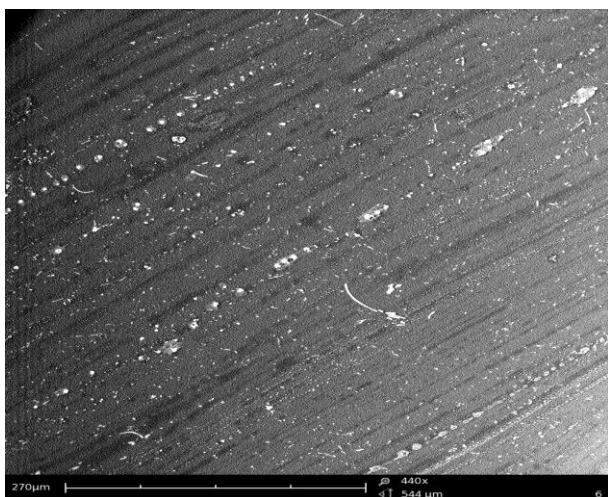
a) Konfokální mikroskopie (světelný mode)



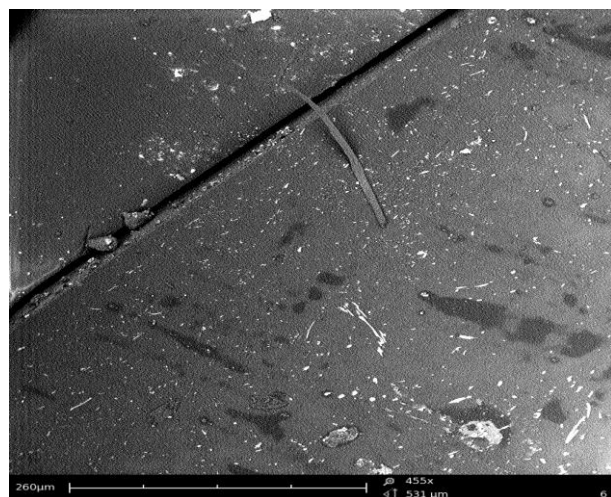
b) REM



c) REM



d) REM



e) REM



f) Světelná mikroskopie

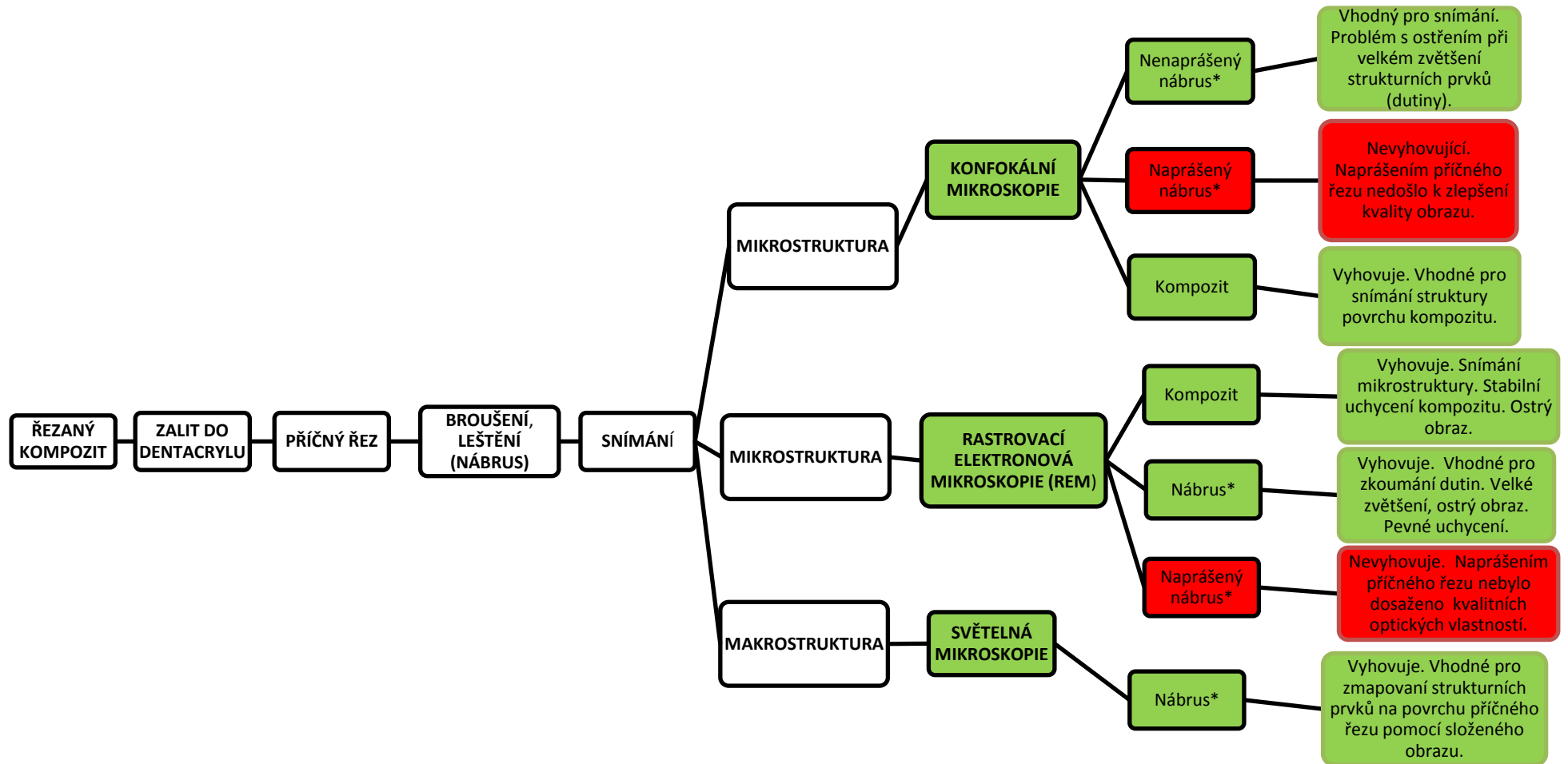
Obr. 5.6.1 Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie a) příčný řez, zvětšení 300x, konfokální mikroskopie, b) řez kompozitu, zvětšení 460x, rastrovací mikroskopie, c) řez kompozitu, zvětšení 5000x, rastrovací mikroskopie, d) příčný řez, zvětšení 440x, rastrovací mikroskopie, e) příčný řez, zvětšení 455x, rastrovací mikroskopie, f) složený obraz, zvětšení 10x, světelná mikroskopie

**Konfokální mikroskopie:** Příčný řez (obr. 8.6.1 a) zaměřený na výskyt diamantové leštící pasty, která se do povrchu dostane při leštění příčného řezu, obzvlášť do dutin vzniklých při výrobním procesu kompozitu.

**REM:** Vlákna snímaná na povrchu řezu nanovláknenného kompozitu (obr. 8.6.1 b, c) a příčného řezu (obr. 8.6.1 d, e). Množství vláken na řezu kompozitu „b“ je mnohem více, než na příčném řezu „d“. Množství vláken je nejspíš ovlivněné broušením příčného řezu, kdy dochází k vyламování křehkých nanovláken.

**Světelná mikroskopie:** Vytvořený složený obraz (obr. 8.6.1 f) zachycuje povrch příčného řezu a jeho povrchové prvky (dutiny, rýhy). Tento příčný řez mnoho takových prvků nevlastní, proto tato metoda snímání může přispět i k rozvinutí kvality opracování (broušení, leštění) příčného řezu.

## SHRNUTÍ METODIKY SNÍMÁNÍ



Obr. 5.6.2 Schéma metodiky snímání

\* nábrus = příčný řez (broušený, leštěný)

Vlastnosti materiálů používaných pro výrobu kompozitů jsou poměrně dobře známe (viz kapitola 4.2). Popis samotné struktury nanovláken a popis jejich změn při přípravě kompozitu jsou stále ještě ve studiu počátku zkoumání. Přitom právě vlastnosti nanovláken tvořící kompozitní výztuž významně ovlivňují celkovou strukturu, tím i kvalitu výsledného výrobku a v neposlední řadě způsob především výroby.

Experiment byl proveden na dvou základních typech kompozitů s nanovláknennou výztuží, které se lišily použitou matricí: PES a Eporezit AH – 12 + T - 58. Mechanické vlastnosti těchto vzorků byly testovány v rámci jiné studie (práce). Závěr této práce je: oba typy matric se liší svými vlastnostmi. Nanovláknena mají lepší afinitu k matrici eporezit, než k polyesterové matrici, která je znatelně nižší. U polymerové matrice jsou viditelné stopy po uvolněných, či vytržených vláknech z matrice. Mechanické a dynamické testy ukázaly, že samotná polyesterová matrice má větší pevnost a tažnost oproti eporezitové matrici. Přidáním nanovláken jako výztuže se ale výsledné vlastnosti výrazně změnil. Lze konstatovat, že polyesterová matrice ztrácí dobré mechanické vlastnosti, naopak eporezitová matrice získává lepší mechanické vlastnosti.

Příčné řezy, které byly tvořeny v této práci, ukázaly při snímání pomocí jednotlivých mikroskopických metod určitou neefektivitu. Příčný řez, který prošel broušením a leštěním byl do jisté míry při snímání těmito metodami nepoužitelný: vlákna byla vytrhaná, matrice zbroušená a vytvořený obraz byl pro další zpracování obrazovou analýzou kompozitů nevyhovující. Na konfokálním mikroskopu se příčný řez špatně uchycoval a docházelo k rozostřování obrazu z důvodu použití velkého zvětšení a nerovnosti příčného řezu. Dále docházelo k světélkování diamantové leštící pasty „zanešené“ během broušení do povrchu příčného řezu (dutiny, rýhy, apod.). Světelná mikroskopie je využitelná z hlediska nasnímání příčných řezů a kompozitů.

Nejefektivnější bylo snímání kompozitu bez jakýchkoliv příprav (broušení, leštění), pouze snímáním prostého řezu strukturou v z-rovině. Povrch kompozitu nebyl zasažen broušením ani leštěním a tento povrch se jevil jako ideální pro vytvoření obrazu. Zejména pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu, kde upnutí kompozitů je bezproblémové a nedochází k rozostřování. Obrazy těchto kompozitů jsou přiloženy v příloze 1 - 6.



## 9. ZÁVĚR

Cílem bakalářské práce bylo vytvořit metodiku tvorby příčných řezů kompozitů a jejich snímání pomocí rastrovací elektronové mikroskopie, konfokální mikroskopie a světelné mikroskopie. Následně tyto úkoly byly vypracovány a výsledky rozebrány v diskuzi bakalářské práce. Diskutované výsledky interpretuji zde.

Podle vyhodnocených výsledků naměřených parametrů v programu NIS – Elements je zřejmé, že nanovláknenný kompozit s epirezitovou matricí obsahuje více dutin nežli matrice polyesterová. Tvar dutin je ovlivněn tloušťkou kompozitu a zatěžovací silou 5 kg při výrobě kompozitu.

Zkoumané vzorky nanovláknenných kompozitů s epirezitovou matricí mají celkově nízký počet nanovláknenných vrstev, tudíž mají malou tloušťku kompozitu. Z tohoto důvodu vychází i malé hodnoty maximálního a minimálního průmětu dutin nežli u matrice polyesterové, protože při výrobě kompozitu na dutiny působí větší síla a dutiny jsou více stlačené. Tento tvar dutin je odolnější na mechanické namáhání a nedochází k narušení těchto dutin. U matrice polyesterové, kde jsou dutiny větších tvarů, to vede k destrukci povrchu a porušení struktury kompozitu. K tomu se připojuje fakt, že polyesterová matrice je křehčí, což je potvrzeno i mechanickými testy viz kap. 2.4

Příčné řezy opracované metodikou broušení a leštění z výše popsaných důvodů nejsou vhodné pro snímání mikrostruktury, ale jsou vhodné pro popis makrostruktury. Nejideálnější postupem pro získání kvalitního obrazu je snímání v z-rovině nanovláknenného kompozitu zejména pomocí REM. Kompozit obsahuje mnoho neporušených strukturních prvků a jeho příprava pro snímání je nenáročná. Snímky těchto kompozitů jsou umístěny v příloze 1 - 6.

Světelný mikroskop je vhodný pro snímání složeného obrazu příčného řezu. Tato metoda dává o struktuře přehledné informace a je podkladem pro rozhodování o dalších metodách studia struktury.

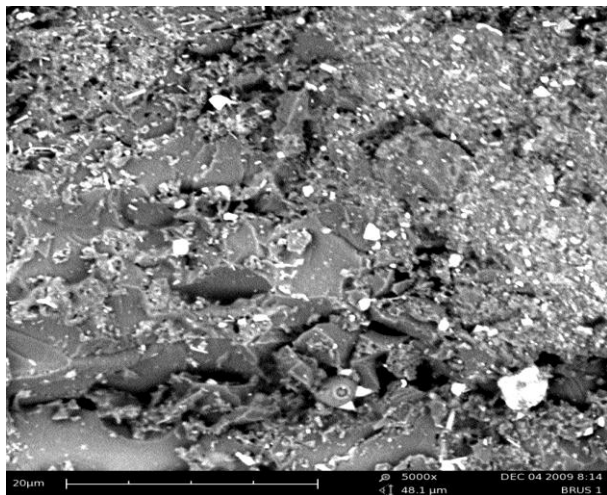
Konfokální mikroskopie je vhodná pro snímání mikrostruktury, dokážeme pomocí ní získat velké zvětšení, které je ovlivněno zaostřováním obrazu. Ostření u konfokální mikroskopie je velice citlivé a závislé na pohybu u konfokálního mikroskopu, hlavně na uložení příčného řezu do mikroskopu (dostatečná rovina příčného řezu). Dále tato metoda umožňuje snímání povrchu ve 3D, které však pro snímání příčných řezů s nanovláknennou výztuží nemělo takový význam. Příčný řez nebyl tak strukturně bohatý, aby byla tato funkce využita.

Rastrovací elektronová mikroskopie je pro snímání kompozitů nejideálnější metodou. Tato metoda umožňuje detailní zvětšení. Uchycení kompozitu a příčných řezů je pomocí přípravku velice pevné a stabilní a dává předpoklad pro kvalitní snímání obrazu.

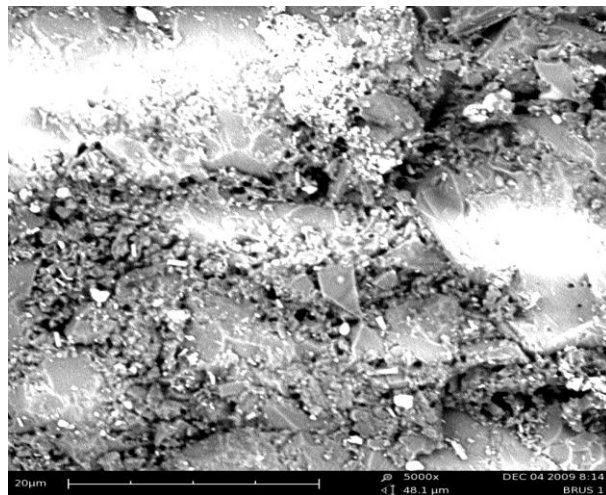
Poznatky a vytvořené příčné řezy je možné dále rozvinout z hlediska technologické přípravy výroby nanovlákenného kompozitu, způsob vstřikování použité matrice, aby nevznikaly vady (vzduchové bubliny), případně rozvinout metodiku dalších mechanických a strukturních testů kompozitu.

**PŘÍLOHA 1: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM**

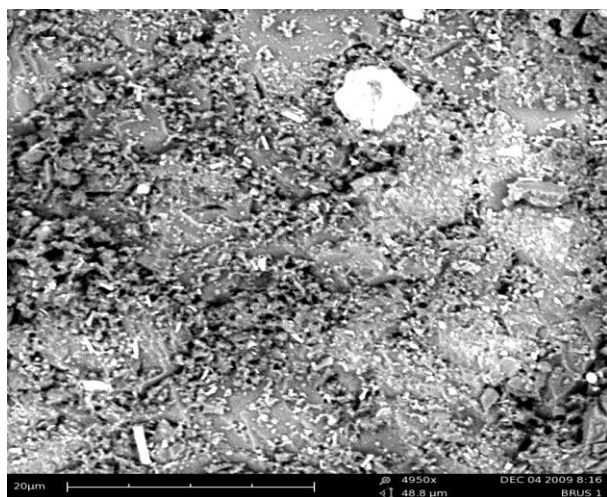
Následující snímky pořízené na REM jsou doplňují snímky z kapitoly 8.1 a jsou výstupem pro kompozit č. 1.



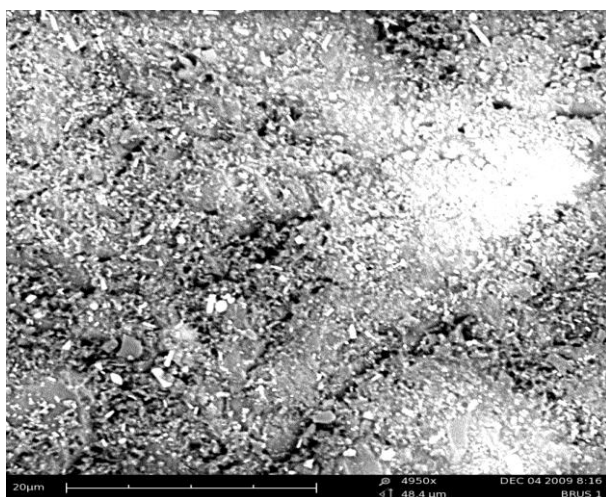
Obr. 1.1



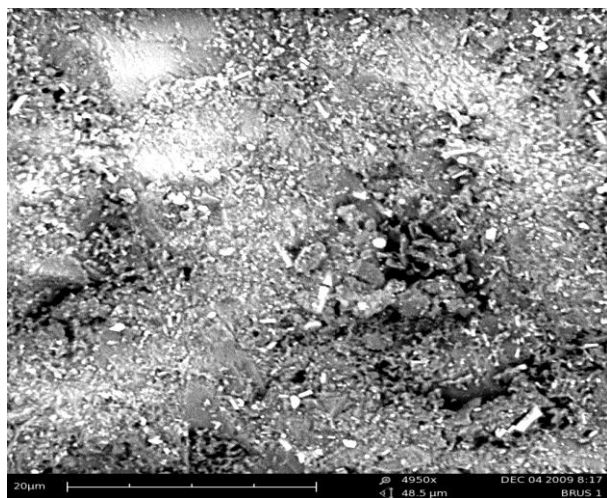
Obr. 1.2



Obr. 1.3



Obr. 1.4

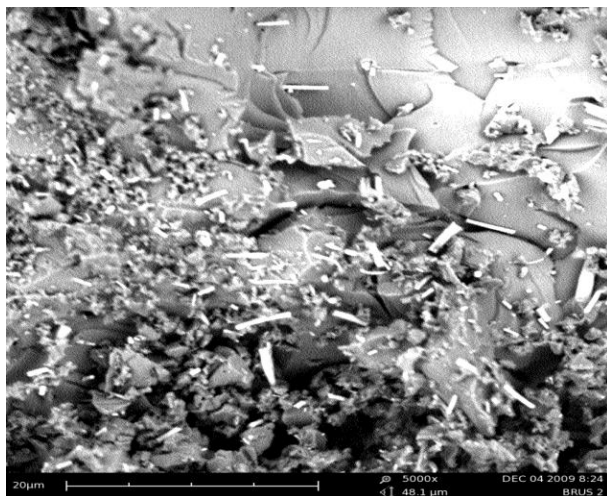


Obr. 1.5

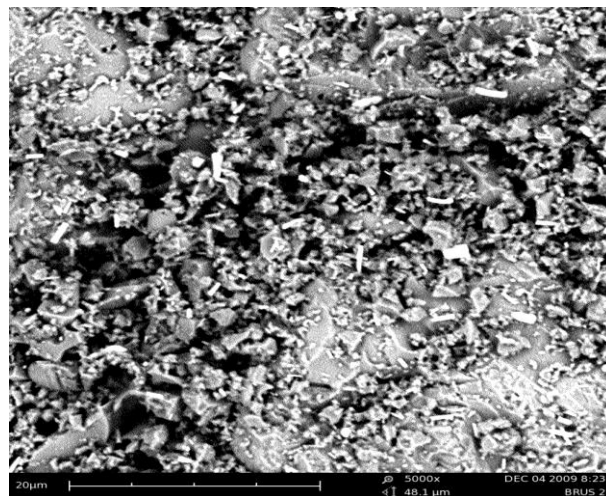


**PŘÍLOHA 2: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM**

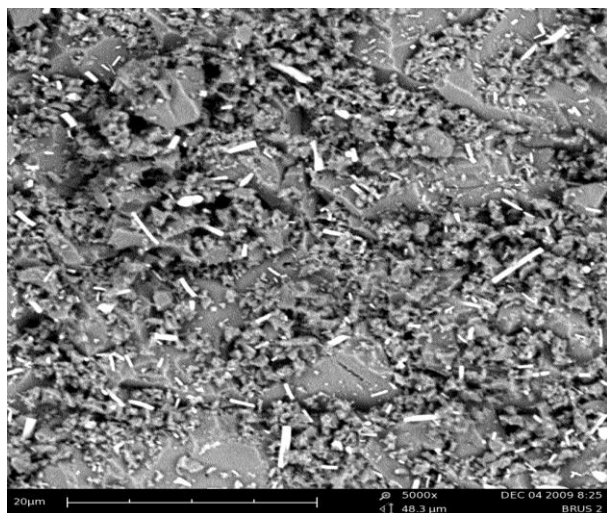
Následující snímky pořízené na REM jsou doplňují snímky z kapitoly 8.2 a jsou výstupem pro kompozit č. 2.



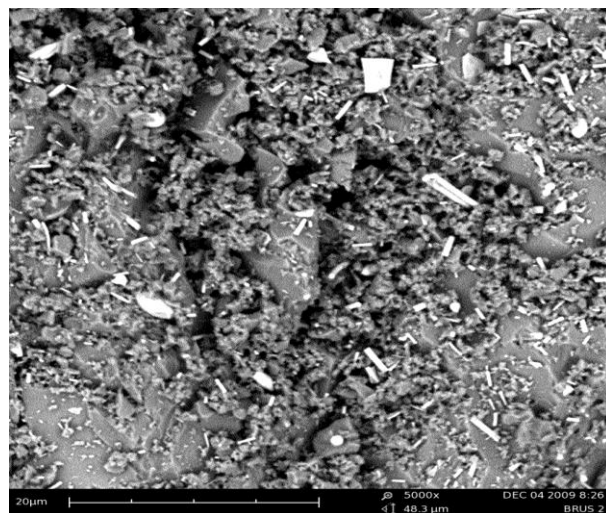
Obr. 2.1



Obr. 2.2



Obr. 2.3



Obr. 2.4

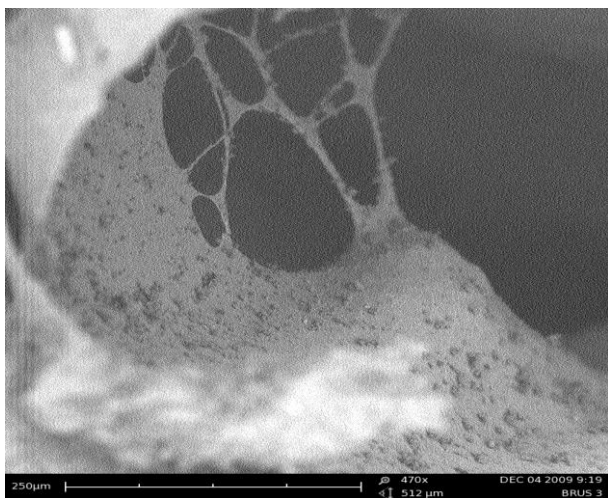


Obr. 2.5

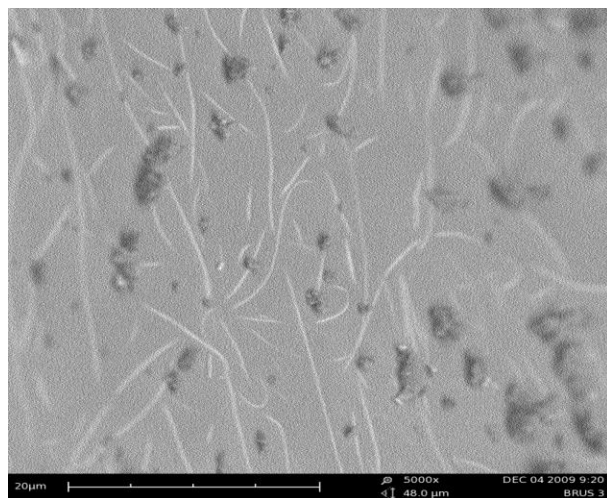


**PŘÍLOHA 3: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM**

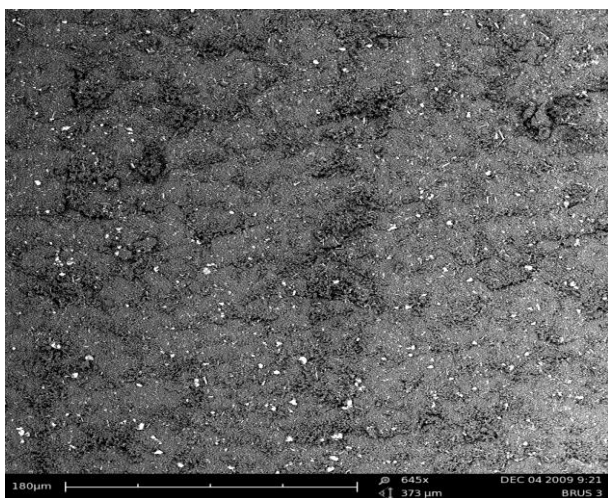
Následující snímky pořízené na REM jsou doplňují snímky z kapitoly 8.3 a jsou výstupem pro kompozit č. 3.



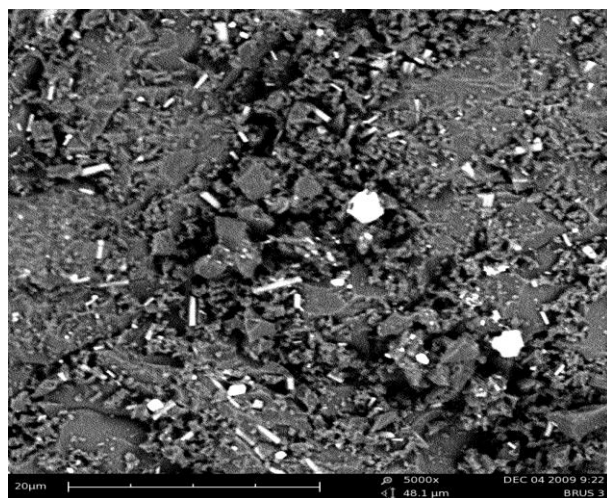
Obr. 3.1



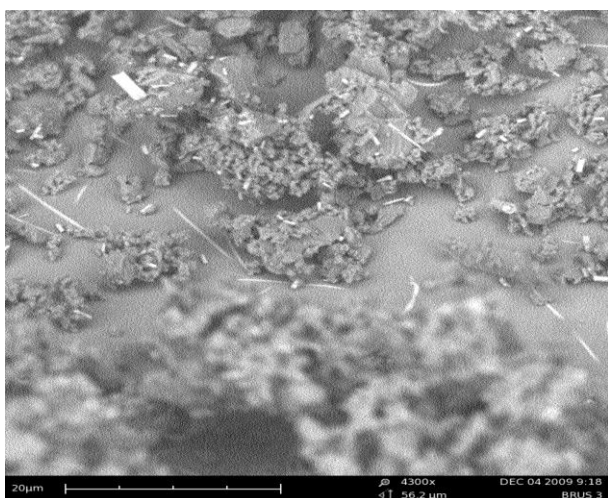
Obr. 3.2



Obr. 3.3



Obr. 3.4



Obr. 3.5

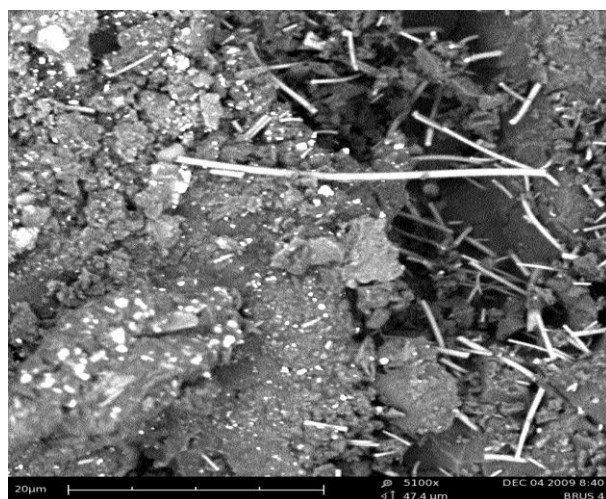


**PŘÍLOHA 4: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM**

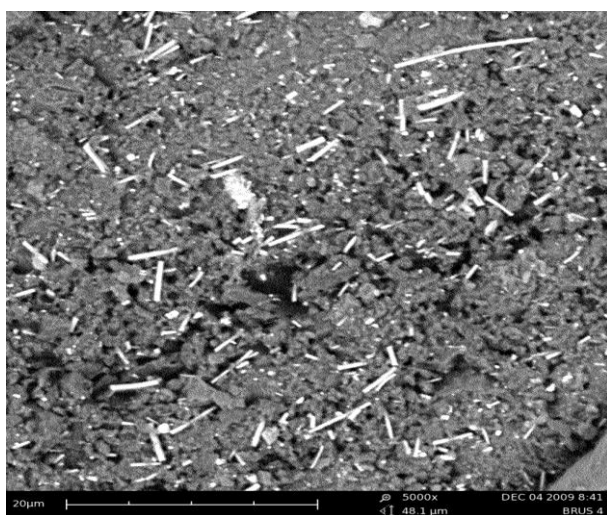
Následující snímky pořízené na REM jsou doplňují snímky z kapitoly 8.4 a jsou výstupem pro kompozit č. 4.



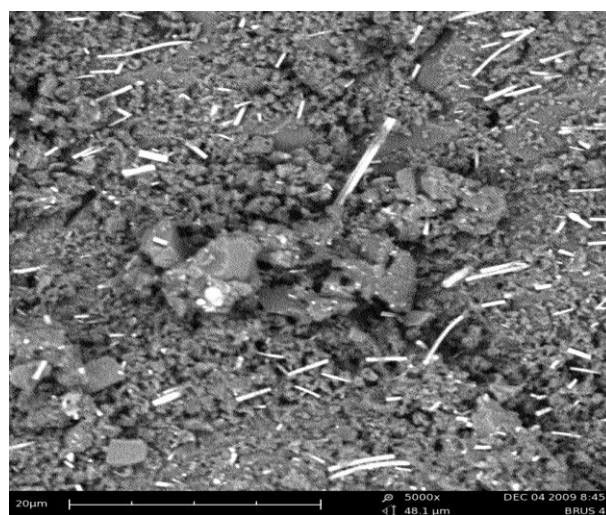
Obr. 4.1



Obr. 4.2



Obr. 4.3



Obr. 4.4



Obr. 4.5

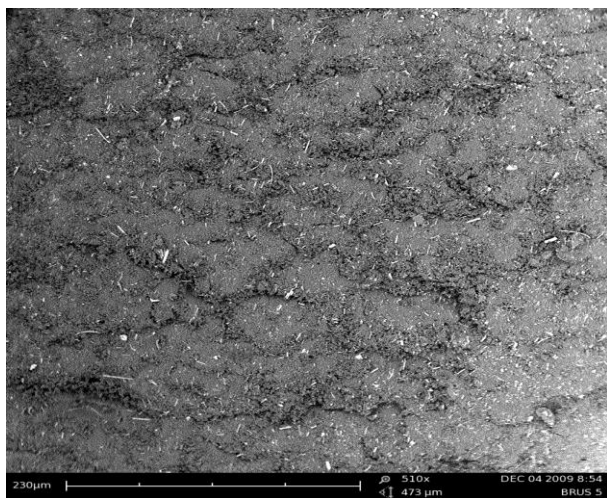


Obr. 4.6

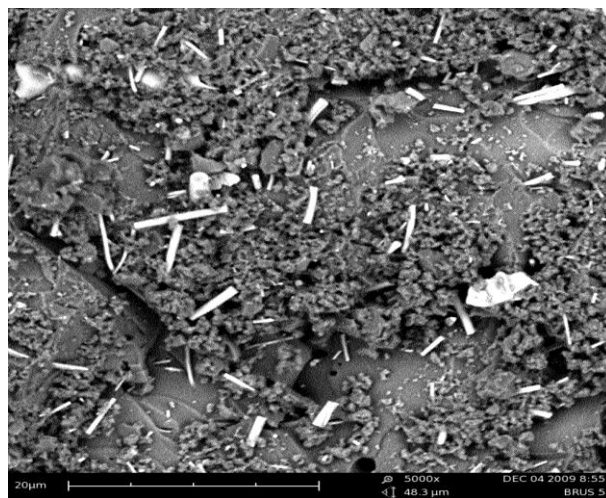


**PŘÍLOHA 5: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM**

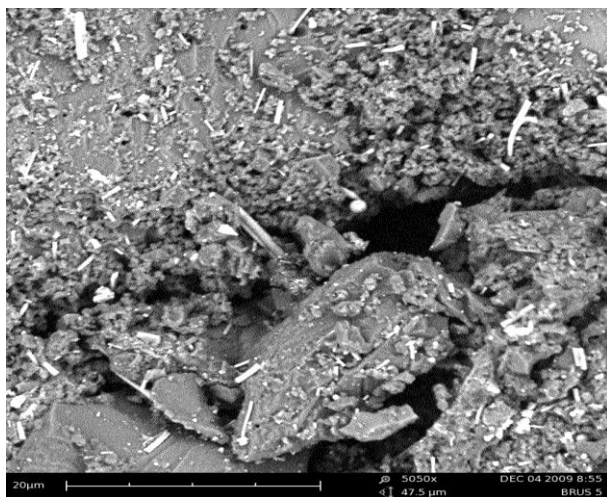
Následující snímky pořízené na REM jsou doplňují snímky z kapitoly 8.5 a jsou výstupem pro kompozit č. 5.



Obr. 5.1



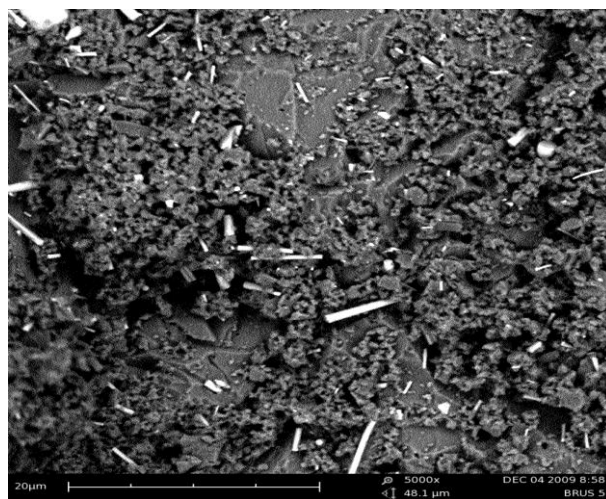
Obr. 5.2



Obr. 5.3



Obr. 5.4

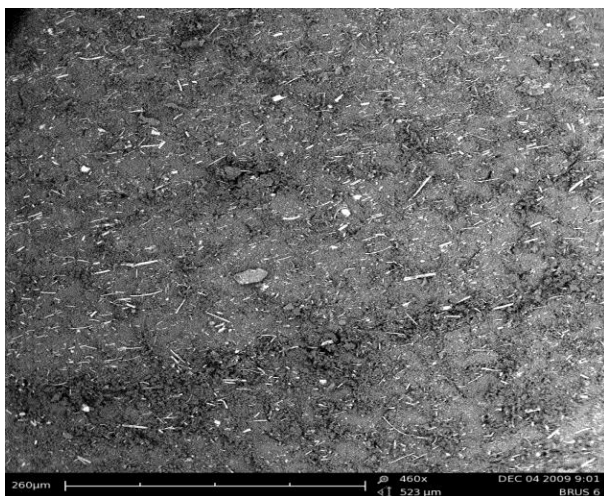


Obr. 5.5

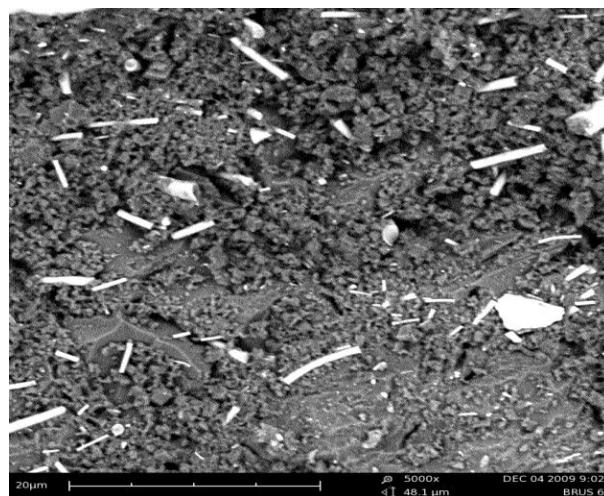


**PŘÍLOHA 6: ŘEZ KOMPOZITU SNÍMANÉHO POMOCÍ REM**

Následující snímky pořízené na REM jsou doplňující snímky z kapitoly 8.6 a jsou výstupem pro kompozit č. 6.



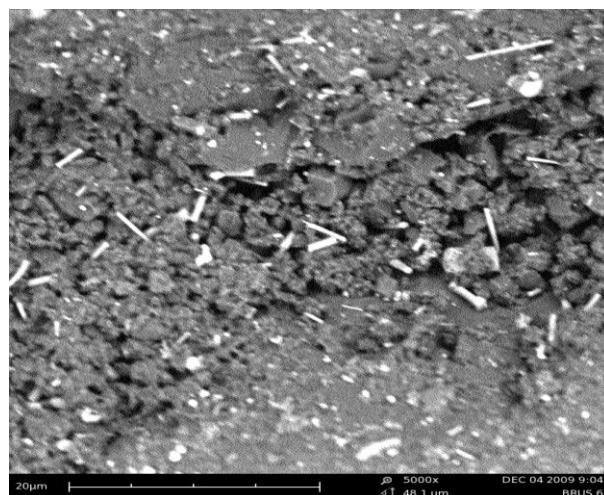
Obr. 6.1



Obr. 6.2



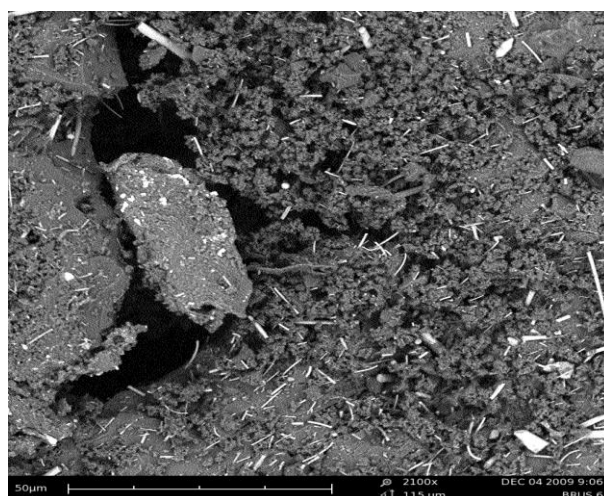
Obr. 6.3



Obr. 6.4



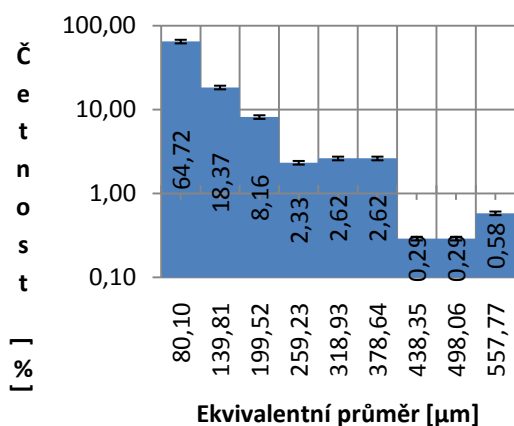
Obr. 6.5



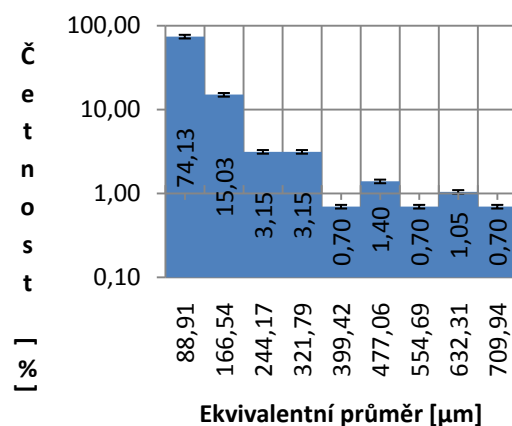
Obr. 6.6



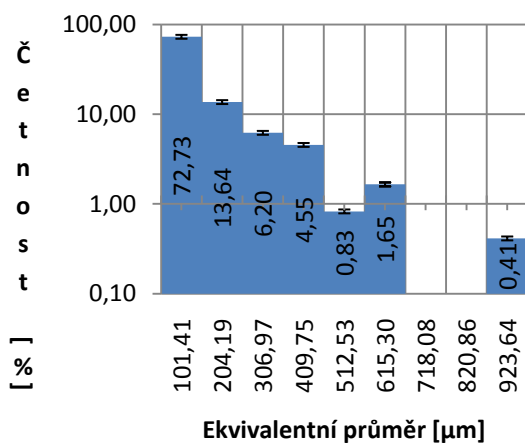
**PŘÍLOHA 7: HISTOGRAMY EPOREZIT**  
**EKVIVALENTNÍ PRŮMĚR**



Obr. 7.1 Histogram pro ekvivalentní průměr – EPOREZIT 1

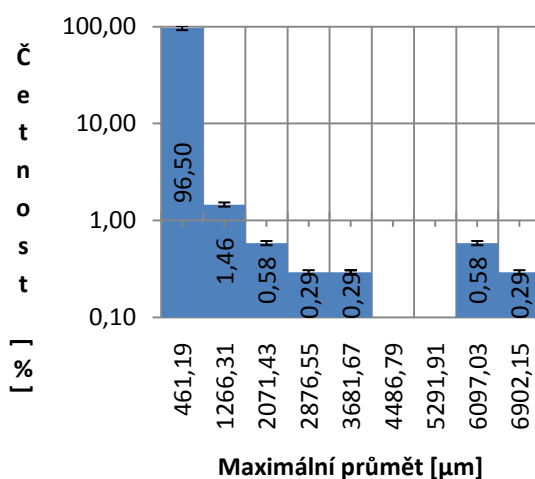


Obr. 7.3 Histogram pro ekvivalentní průměr – EPOREZIT 3

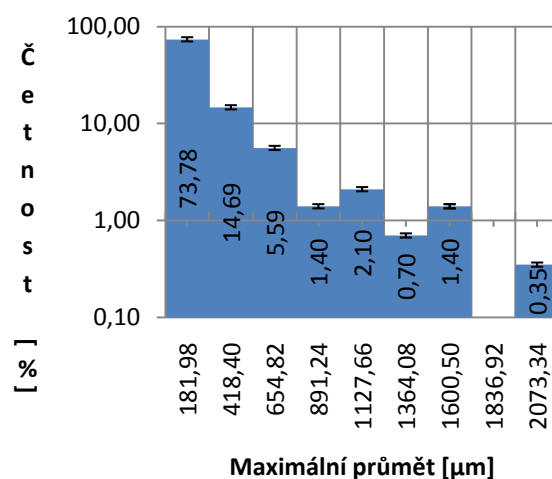


Obr. 7.2 Histogram pro ekvivalentní průměr – EPOREZIT 2

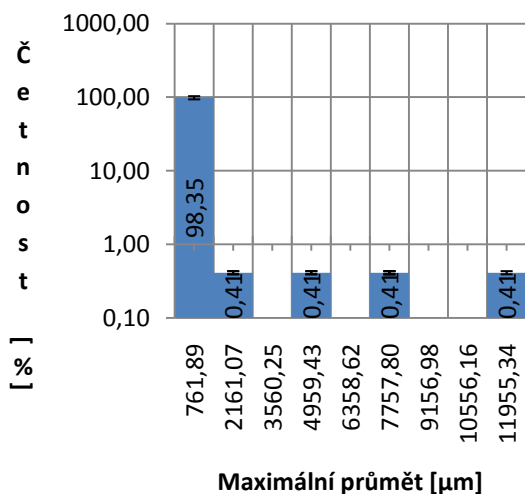
### MAXIMÁLNÍ PRŮMĚT



Obr. 7.4 Histogram pro maximální průmět – EPOREZIT 1

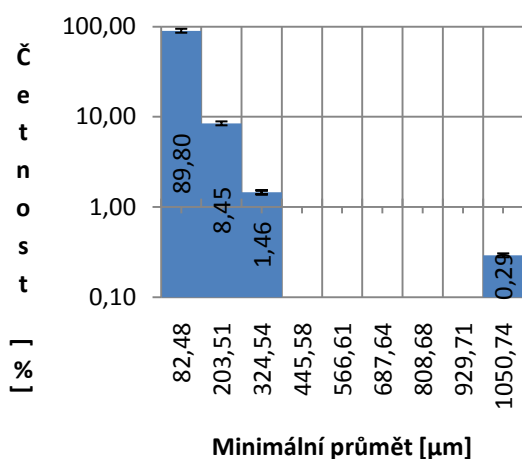


Obr. 7.6 Histogram pro maximální průmět – EPOREZIT 3

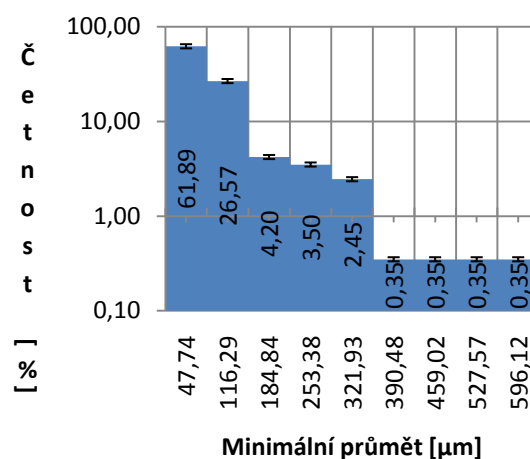


Obr. 7.5 Histogram pro maximální průmět – EPOREZIT 2

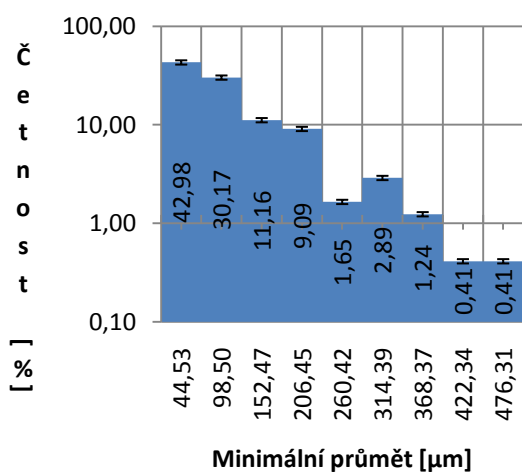
### MINIMÁLNÍ PRŮMĚT



Obr. 7.7 Histogram pro minimální průmět – EPOREZIT 1

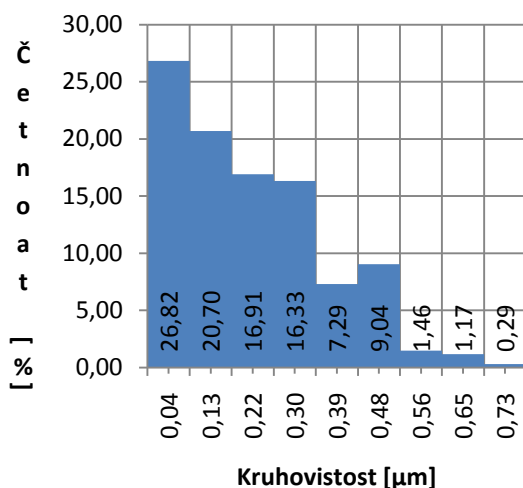


Obr. 7.9 Histogram pro minimální průmět – EPOREZIT 3

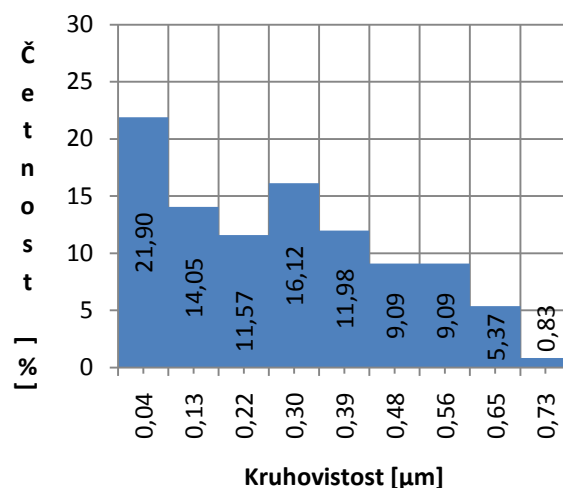


Obr. 7.8 Histogram pro minimální průmět – EPOREZIT 2

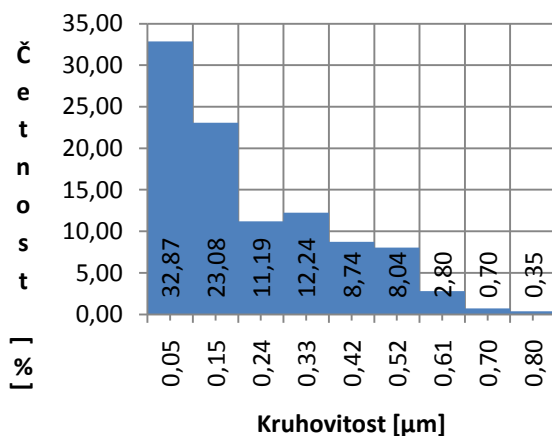
## KRUHOVITOST



Obr. 7.10 Histogram pro kruhovitost – EPOREZIT 1



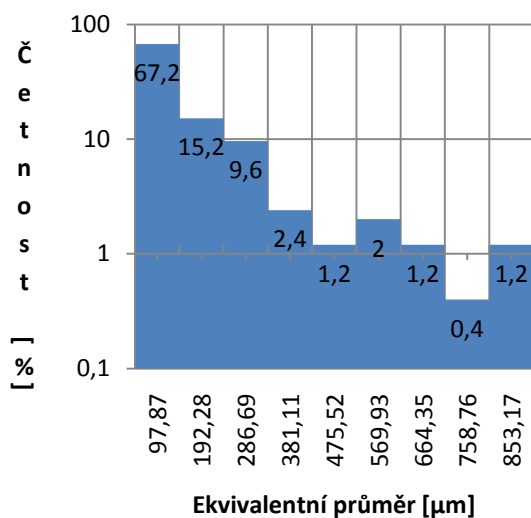
Obr. 7.12 Histogram pro kruhovitost – EPOREZIT 3



Obr. 7.11 Histogram pro kruhovitost – EPOREZIT 2

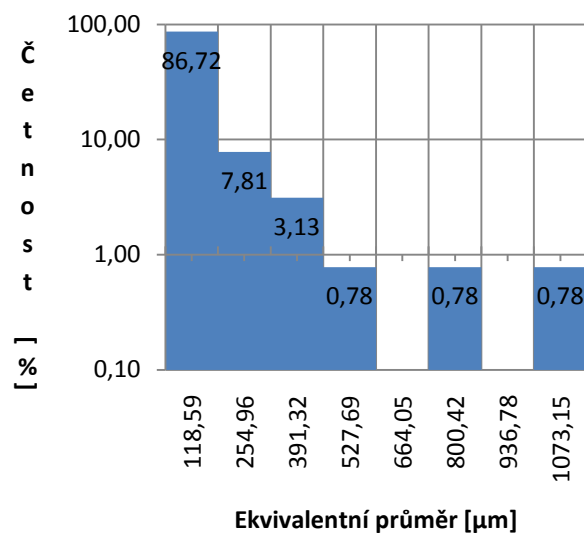
## PŘÍLOHA 8: HISTOGRAMY POLYESTER

### EKVIVALENTNÍ PRŮMĚR



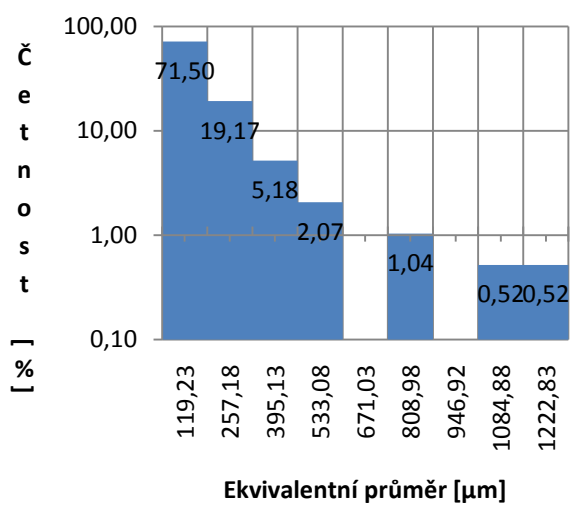
Obr. 8.1 Histogram ekvivalentního průměru

– PES 1



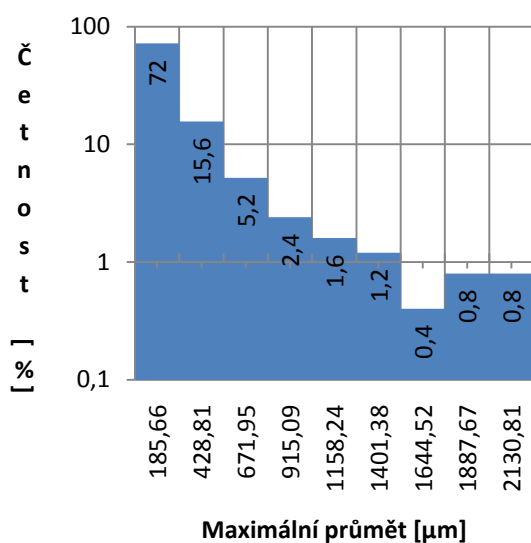
Obr. 8.3 Histogram ekvivalentního průměru

– PES 3

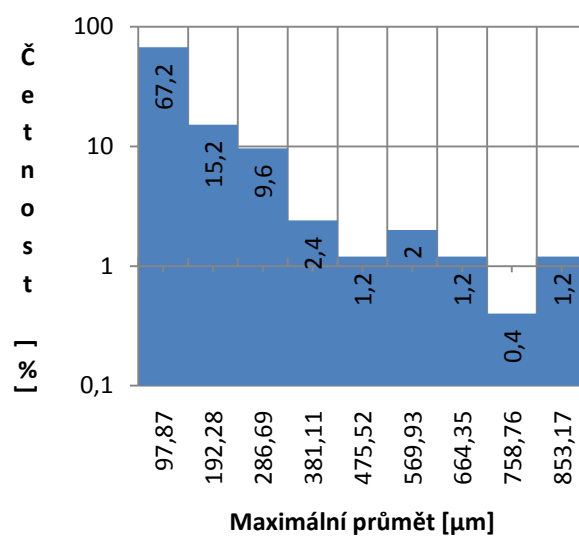


Obr. 8.2 Histogram ekvivalentního průměru - PES 2

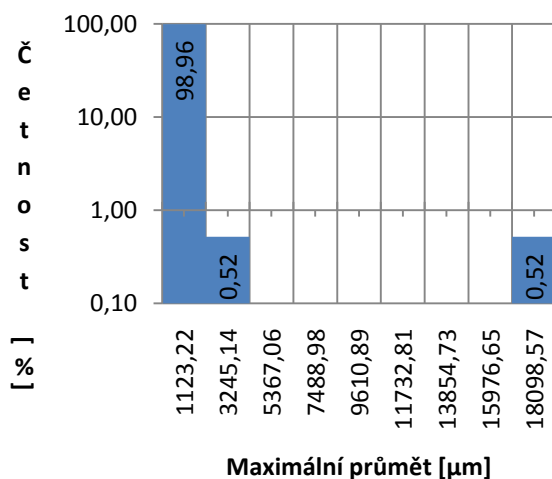
### MAXIMÁLNÍ PRŮMĚT



Obr. 8.4 Histogram maximálního průmětu – PES 1

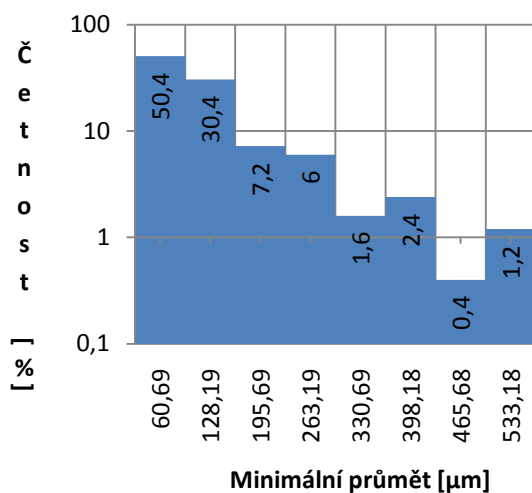


Obr. 8.6 Histogram maximálního průmětu – PES 3

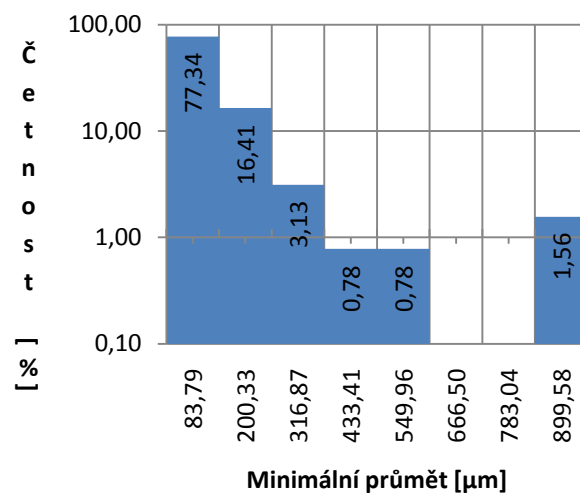


Obr. 8.5 Histogram maximálního průmětu – PES 2

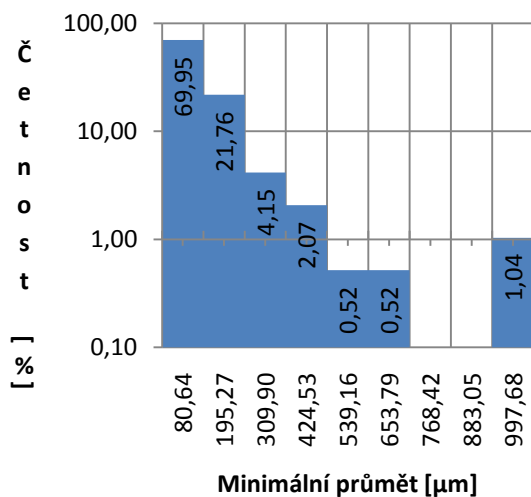
### MINIMÁLNÍ PRŮMĚT



Obr. 8.7 Histogram minimálního průmětu – PES 1

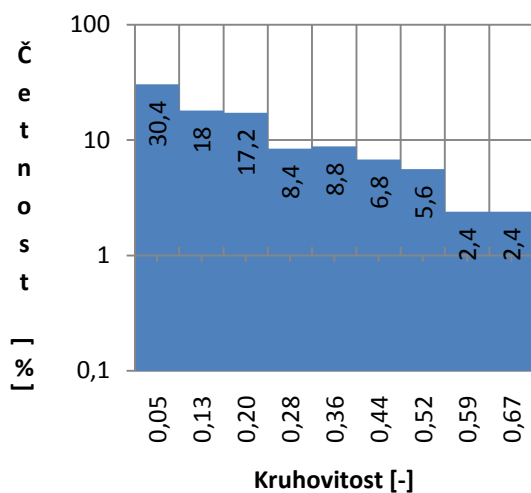


Obr. 8.9 Histogram ekvivalentního průměru – PES 3



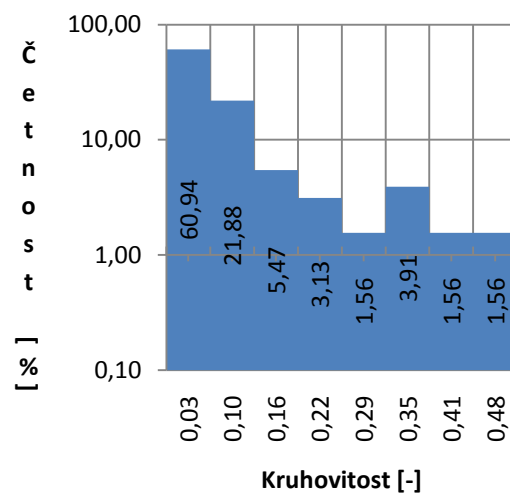
Obr. 8.8 Histogram minimálního průmětu – PES 2

## KRUHOVITOST



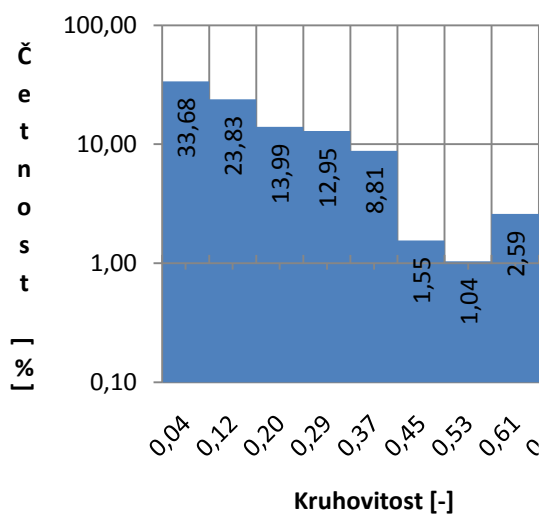
Obr. 8.10 Histogram ekvivalentního průměru –

PES 1



Obr. 8.12 Histogram ekvivalentního průměru –

PES 3



Obr. 8.11 Histogram ekvivalentního průměru –

PES 2



## Seznam obrázků

Obr. 2.1.1	Hiearchie strukturních úrovní kompozitu, strukturní úrovně a řádové velikosti strukturních elementů
Obr. 2.4.1	Eporezit
Obr. 2.4.2	PES
Obr. 2.5.2.1	Princip přípravy vrstev nanovláken elektrostaticky [17]
Obr. 2.7.1	Schéma přípravy materiálů metodou sol – gel
Obr. 3.1	Rozlišovací schopnosti různých metod [7]
Obr. 3.1.1	Schéma optického mikroskopu [9]
Obr. 3.2.1	Schéma konfokálního mikroskopu [14]
Obr. 3.3.1	Schéma principu optického mikroskopu TEM a SEM [11]
Obr. 3.4.1	Ekvivalentní průměr
Obr. 4.3.1.1	Schéma postupu broušení nábrusů
Obr. 4.3.1.2	Bruska příčných řezů - leštění
Obr. 4.4.1.1	Složený obraz 30 x 5 polí
Obr. 4.4.2.1	Konfokální mikroskopie
Obr. 4.4.3.1	Přípravek pro snímání na REM
Obr. 4.4.3.2	Kompozit
Obr. 4.4.3.3	Úprava nábrusu
Obr. 5.1.1	Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie
Obr. 4.4.3.4	Nábrus
Obr. 4.4.3.5	Pozlacený nábrus
Obr. 5.1.1	Segmentace vzduchových bublin
Obr. 8.1.1	Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie
Obr. 8.2.1	Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie
Obr. 8.3.1	Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie
Obr. 8.4.1	Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie
Obr. 8.5.1	Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie
Obr. 8.6.1	Konfokální mikroskopie, REM, světelná mikroskopie
Obr. 8.6.2	Schéma metodiky snímání

## Seznam tabulek

- Tab. 1 Mechanické vlastnosti nenasycených polyesterových pryskyřici
- Tab. 2 Mechanické vlastnosti Eporezitu
- Tab. 3 Výsledky mechanických a dynamických testů
- Tab. 4 Charakteristika použitých nanokompozitů
- Tab. 5 Parametry brusných papírů
- Tab. 6 Parametry leštících past
- Tab. 7 Nastavení kamery
- Tab. 8 Zvětšení konfokálního mikroskopu
- Tab. 9 Podmínky segmentace obrazu
- Tab. 10 Vzduchové bubliny – průměrné hodnoty naměřených parametrů
- Tab. 11 Statistické výpočty naměřených parametrů pro eporezitovou matici
- Tab. 12 Statistické výpočty naměřených parametrů pro polyesterovou matici

## Seznam grafů

- Graf 6.1 Sloupcový graf počtu dutin v kompozitu
- Graf 6.2 Sloupcový graf průměrné plochy dutin v kompozitu
- Graf 6.3 Sloupcový graf podílu dutin v kompozitu
- Graf 6.4 Sloupcový graf podílu matrice a výztuže v kompozitu
- Graf 6.5 Sloupcový graf ekvivalentního průměru dutin
- Graf 6.6 Sloupcový graf maximálního průmětu dutin
- Graf 6.7 Sloupcový graf minimálního průmětu dutin
- Graf 6.8 Sloupcový graf kruhovitosti dutin
- Graf 6.9 Sloupcový graf celkové plochy kompozitu
- Graf 6.1.1 Graf závislosti počtu dutin v kompozitu na tloušťce kompozitu
- Graf 6.1.2 Graf závislosti průměrné plochy dutin na tloušťce kompozitu

Graf 6.3.3 Graf závislosti podílu dutin v kompozitu na tloušťce kompozitu

Graf 6.1.4 Graf závislosti podílu matrice a výztuže na tloušťce kompozitu

Graf 6.1.5 Graf závislosti ekvivalentního průměru dutin na tloušťce kompozitu

Graf 6.1.6 Graf závislosti maximálního průmětu dutin na tloušťce kompozitu

Graf 6.1.7 Graf závislosti minimálního průmětu dutin na tloušťce kompozitu

Graf 6.1.8 Graf závislosti kruhovitosti dutin na tloušťce kompozitu

Graf 6.2.1 Histogram průměrné plochy dutin EPOREZIT 1

Graf 6.2.2 Histogram průměrné plochy dutin EPOREZIT 2

Graf 6.2.3 Histogram průměrné plochy dutin EPOREZIT 3

Graf 6.2.4 Histogram průměrné plochy dutin PES 1

Graf 6.2.5 Histogram průměrné plochy dutin PES 2

Graf 6.2.6 Histogram průměrné plochy dutin PES 3

## Seznam použité literatury

- [1] Krejčí, O.: PE/EVE NANOKOMPZITY, příprava, vlastnosti, použití, [cit. 4. 7. 2010].
- [2] Vesmír s.r.o.: Světelná mikroskopie,  
(<http://www.vesmir.cz/clanek/konfokalni-mikroskop>), [cit. 26. 4.2010].
- [3] Kořínek, Z.: Vlákna, ([www.volny.cz/korinekz](http://www.volny.cz/korinekz)), [cit. 4. 4. 2011].
- [4] Kořínek, Z.: Matrice, ([www.volny.cz/korinekz](http://www.volny.cz/korinekz)), [cit. 4. 4. 2011].
- [5] P+M polymer keramika:(<http://www.epoxi.hu/indexe.html>), [cit. 20. 4. 2010].
- [6] Maršálová M., Studničková J.: Kompozity s nanovláknny a jejich mechanické vlastnosti, [cit. 4. 7. 2010].
- [7] Růžičková, J.: *Elektrostatické zvlákňování nanovláken*. Skripta TUL 2004, ISBN 80-7083-867-1, [cit. 5. 5. 2011].
- [8] Jirsák O., Senetrník F., Lukáš D., V. Martinová, L. Chaloupek: Patent CZ 294274.
- [9] Exnar, P.: Metoda sol – gel, ISBN80-7372-063-9 [cit. 15. 3. 2010].
- [10] Salačová, J.: Možnosti počítačového vidění reálné strukturu tkaninových kompozitů. DisP, TU Liberec 2008, [cit. 19. 2. 2010].
- [11] Jiráček, E.: Laboratoř obrazové analýzy,  
(<http://www.vscht.cz/ufmt/laborator-obraz.html>), [cit. 10. 3. 2010].

- [12] Vesmír s.r.o.: Konfokální mikroskopie  
(<http://www.vesmir.cz/clanek/konfokalni-mikroskop>), [cit. 26. 4. 2010].
- [13] Nebesáková, J.: Elektronová mikroskopie  
(<http://www.paru.cas.cz/lem/book/index.html>), [cit. 26. 4. 2010].
- [14] Nis- Elemts: Uživatelská příručka Verze 3.0 Laboratoř Paging s.r.o., 2008,  
[cit. 12. 1. 2011].